

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001 年 6 月 7 日 (07.06.2001)

PCT

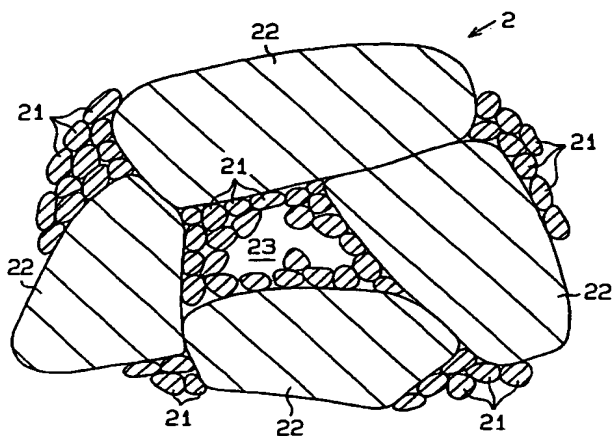
(10) 国際公開番号
WO 01/40138 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C04B 38/00, (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): イビデン株式会社 (IBIDEN CO., LTD.) [JP/JP]; 〒503-8604 岐阜県大垣市神田町二丁目1番地 Gifu (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/08284 (72) 発明者; および
- (22) 国際出願日: 2000 年 11 月 24 日 (24.11.2000) (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 馬嶋一隆 (MAJIMA, Kazutaka) [JP/JP]. 安田裕之 (YASUDA, Hiroyuki) [JP/JP]; 〒501-0695 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデン株式会社 大垣北工場内 Gifu (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語 (74) 代理人: 恩田博宣 (ONDA, Hironori); 〒500-8731 岐阜県岐阜市大宮町2丁目12番地の1 Gifu (JP).
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (81) 指定国 (国内): KR, US.
- (30) 優先権データ: (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).
- 特願平 11/340408 1999 年 11 月 30 日 (30.11.1999) JP
- 特願平 11/340409 1999 年 11 月 30 日 (30.11.1999) JP
- 特願平 2000-126085 2000 年 4 月 26 日 (26.04.2000) JP
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書

[続葉有]

(54) Title: POROUS SILICON CARBIDE SINTERED COMPACT AND SILICON CARBIDE METAL COMPOSITE SUITABLE FOR USE IN TABLE FOR WAFER POLISHING MACHINE

(54) 発明の名称: ウェハ研磨装置用テーブルに好適な多孔質炭化珪素焼結体及び炭化珪素・金属複合体



(57) Abstract: A porous silicon carbide sintered compact which comprises a structure being composed of silicon carbide crystals (21, 22) and having open pores (23) present therein, wherein the carbide crystals have an average particle diameter of $20 \mu\text{m}$ or more, a porosity of 40 % or less and a thermal conductivity of 80 W/m. K or more. The porous silicon carbide sintered compact is extremely excellent in uniformity of its temperature, thermal response characteristics and dimensional stability.

(57) 要約:

均熱性、熱応答性及び形状安定性に極めて優れた多孔質炭化珪素焼結体。多孔質焼結体は、炭化珪素結晶 (21, 22) によって構成され、その炭化珪素結晶の組織中には開放気孔 (23) が存在している。炭化珪素結晶の平均粒径は $20 \mu\text{m}$ 以上、気孔率が 40 % 以下、熱伝導率が $80 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 以上である。



2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

明細書

ウェハ研磨装置用テーブルに好適な多孔質炭化珪素焼結体及び炭化珪素・金属複合体

〔技術分野〕

本発明は、多孔質炭化珪素焼結体及び炭化珪素・金属複合体に関し、詳しくは半導体ウェハを研磨する装置に用いられるテーブルに好適な多孔質炭化珪素焼結体、炭化珪素・金属複合体、及びそれらの製造方法に関する。

〔背景技術〕

今日における電気製品の大部分のものには、シリコンチップ上に微細な導体回路を形成してなる半導体デバイスが利用されている。このような半導体デバイスは、一般的に、単結晶シリコンのインゴットを出発材料として下記のような手順を経て製造される。

まず、単結晶シリコンのインゴットを薄くスライスし、このスライシングによって得られたピースをラッピング工程及びポリッシング工程において研磨する。これらの工程を経て得られたベアウェハは、鏡面を有しているため、ミラーウェハと呼ばれている。ラッピング工程後かつポリッシング工程前にエピタキシャル成長層形成工程を行って得られたベアウェハは、特にエピタキシャルウェハと呼ばれている。

続くウェハ処理工程においては、ベアウェハに対して酸化、エッチング、不純物拡散が繰り返して行われる。そして、前記工程を経たベアウェハをダイシング工程において適当な大きさにカットすることにより、最終的に所望の半導体デバイスが完成する。

上記の一連の工程においては、半導体ウェハのデバイス形成面を何らかの手段を用いて研磨する必要がある。そこで、このような研磨を行うのに有効な手段として、従来から各種のウェハ研磨装置（ラッピングマシンやポリッシングマシン）が提案されるに至っている。

通常のウェハ研磨装置は、テーブル、プッシュプレート、冷却ジャケットを備えている。テーブルは冷却ジャケットの上部に固定されている。テーブル及び冷却ジャケットは、ともにステンレス等のような金属材料からなる。冷却ジャケット内には、テーブルの冷却に用いる冷却水を循環させるための流路が設けられている。テーブルの上方に配置されたプッシュプレートの保持面（下面）には、研磨されるべきウェハが熱可塑性ワックスを用いて貼付けられる。回転するプッシュプレートに保持されたウェハは、テーブルの研磨面（上面）に対して上方から押し付けられる。その結果、研磨面にウェハが摺接し、ウェハの片側面が均一に研磨される。そして、このときウェハに発生した熱は、テーブルを介して冷却ジャケットに伝導するとともに、その冷却ジャケット内の流路を循環する冷却水によって装置の外部に持ち去られる。

ウェハ研磨装置用テーブルは、研磨作業時に高温に加熱されることが多い。このため、テーブルを形成するための材料には、耐熱性や耐熱衝撃性が要求される。また、テーブルの研磨面には絶えず摩擦力が作用することから、テーブルを形成するための材料には耐摩耗性も要求される。さらに、大口径・高品質のウェハを実現するためには、ウェハに反りをもたらず熱応力の発生を回避すべきであり、そのためにはテーブル内の温度バラツキを極力小さくすることが必要である。ゆえに、前記材料にはさらに高熱伝導性も要求される。

以上のような事情のもと、これまでの金属材料に代わる好適なテーブル形成用材料として、物理的・機械的に優れた性質を有する一部のセラミック材料（いわゆるニューセラミックまたはエンジニアリングセラミック）が最近注目されており、そのなかでも炭化珪素（SiC）が特に注目されている。

炭化珪素は、熱伝導性、耐熱性、耐熱衝撃性、耐摩耗性、硬度、耐酸化性、耐食性等に優れるという好適な特性を有する。ゆえに、炭化珪素は、メカニカルシールや軸受等の耐磨耗材料をはじめとして、高温炉用の耐火材、熱交換器、燃焼管等の耐熱構造材料、酸やアルカリに晒されやすいポンプ部品等の耐腐食材料など、広く利用可能な材料であるといえる。そして、近年では上記の炭化珪素の有する諸特性、

特に高い熱伝導性に着目し、これをテーブルに付与しようとする動きがある。これに加え、炭化珪素の多孔質体に存在する開放気孔中に金属を含浸することによって、非含浸体よりもさらに熱伝導性に優れた炭化珪素・金属複合体を製造することも提案されている。

ところで、炭化珪素焼結体には、熱を効率よく伝導するという性質があるため、焼結体内部に温度バラツキが生じにくいという利点がある。従って、焼結体には高い均熱性・熱応答性が付与される。また、熱応力の発生が回避されて基材が反りにくくなる結果、形状安定性が高くなる。

しかしながら、炭化珪素焼結体は他のセラミックス焼結体に比較して熱伝導率が高いとはいっても、多孔質体における熱伝導率の値は $10 \text{ W/m} \cdot \text{K} \sim 70 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 程度にすぎなかった。また、炭化珪素非含浸体に比較して炭化珪素・金属複合体は熱伝導率が高いとはいっても、現時点における熱伝導率の値は $100 \text{ W/m} \cdot \text{K} \sim 150 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 程度であった。

従って、よりいっそう均熱性、熱応答性、形状安定性に優れた材料を実現するためには、さらなる熱伝導性の向上が必須と考えられていた。また、この材料をテーブルに利用した場合についても同様に、大口径・高品質ウェハの実現のためには熱伝導性の向上が必須と考えられていた。

また、炭化珪素・金属複合体からなる複数枚の基材を積層し、これらを樹脂製の接着剤で接合するとともに、接合界面に流路を設けたテーブルにおいては、以下のような問題があった。

即ち、従来において基材同士を接合する方法として熱伝導率の低い接着剤を用いていたため、接着剤が接合界面における熱抵抗の増大をもたらし、テーブル全体として熱伝導率の低下を来していた。従って、熱伝導率の高い炭化珪素・金属複合体を基材に用いているにもかかわらず、実際上は十分な均熱性や熱応答性を実現することができなかった。また、炭化珪素・金属複合体と接着剤とでは熱膨張係数が大きく異なるため、接合界面においてクラックや剥がれが発生しやすかった。ゆえに、ヒートサイクルを受けるとテーブルが破壊しやすく、長期信頼性が低かった。ま

た、接着剤に代えて基材同士の接合にロウ材を用いた場合、熱抵抗の増大に関する問題は解消される反面、熱膨張係数差に起因するクラックや剥がれの発生については避けることができなかった。

[発明の開示]

本発明の第1の目的は、均熱性、熱応答性及び形状安定性に極めて優れた多孔質炭化珪素焼結体、炭化珪素・金属複合体を提供することにある。

本発明の第2の目的は、このような好適な焼結体、複合体を確実に製造できる方法を提供することにある。

本発明の第3の目的は、大口径・高品質ウェハの製造に好適なウェハ研磨装置用部材、ウェハ研磨装置用テーブルを提供することにある。

本発明の第1の態様では、炭化珪素結晶によって構成される組織中に開放気孔が存在している多孔質焼結体が提供される。炭化珪素結晶の平均粒径は $20\mu\text{m}$ 以上、気孔率が40%以下、熱伝導率が $80\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上である。

本発明の第2の態様では、炭化珪素結晶によって構成される組織中に開放気孔が存在している多孔質焼結体が提供される。炭化珪素結晶の平均粒径は $20\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ 、気孔率が5%～30%、熱伝導率が $80\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上である。

本発明の第3の態様では、炭化珪素結晶によって構成される組織中に開放気孔が存在しており、炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上、気孔率が30%以下、熱伝導率が $80\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上である多孔質炭化珪素焼結体を製造する方法が提供される。平均粒径 $5\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末100重量部に対して、平均粒径 $0.1\mu\text{m}\sim 1.0\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末が10重量部～100重量部配合され、粗粉末と微粉末とが均一に混合される。混合工程により得られた混合物を所定形状に成形することにより成形体を得られる。成形体を $1700^{\circ}\text{C}\sim 2400^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で焼成することにより焼結体を得られる。

本発明の第4の態様では、ウェハ保持プレートに保持された半導体ウェハを研磨するための研磨面を有するテーブルが提供される。テーブルは、上記多孔質炭化珪

素焼結体からなり、互いに接合された複数の基材と、基材の接合界面に形成された流体流路とを備える。

本発明の第5の態様では、炭化珪素結晶によって構成される多孔質組織中に開放気孔が存在し、その開放気孔中に金属が含浸されている炭化珪素・金属複合体が提供される。炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上、気孔率が30%以下、熱伝導率が $160\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上であり、炭化珪素100重量部に対して15重量部～50重量部の金属が含浸されている。

本発明の第6の態様では、炭化珪素結晶によって構成される多孔質組織中に開放気孔が存在し、その開放気孔中に金属が含浸されている炭化珪素・金属複合体が提供される。炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ 、気孔率が5%～30%、熱伝導率が $160\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上であり、炭化珪素100重量部に対して15重量部～50重量部の金属が含浸されている。

本発明の第7の態様では、炭化珪素結晶によって構成される多孔質組織中に開放気孔が存在し、その開放気孔中に炭化珪素100重量部に対して15重量部～50重量部の金属が含浸され、炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上、気孔率が30%以下、熱伝導率が $160\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上である炭化珪素・金属複合体を製造する方法が提供される。平均粒径 $5\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末100重量部に対して、平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ ～ $1.0\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末が10重量部～100重量部配合され、その粗粉末と微粉末とが均一に混合される。混合工程により得られた混合物を所定形状に成形することにより成形体を得られる。成形体を 1700°C ～ 2400°C の温度範囲で焼成することにより焼結体を得られる。成形体または焼結体に金属が含浸される。

本発明の第8の態様では、ウェハ保持プレートに保持された半導体ウェハを研磨するための研磨面を有するテーブルが提供される。テーブルは、上記炭化珪素・金属複合体からなり、互いに接合された複数の基材と、基材の接合界面に形成された流体流路とを備える。

本発明の第9の態様では、ウェハ保持プレートに保持された半導体ウェハを研磨

するための研磨面を有するテーブルが提供される。テーブルは、各々が含珪素セラミックからなる多孔質体の開放気孔中に金属シリコンを含浸したセラミック・金属複合体である複数の基材と、各基材同士を接合する金属シリコンからなる接合層と、基材の接合界面に形成された流体流路とを備える。

[図面の簡単な説明]

図 1 は、本発明の第 1 実施例のウェハ研磨装置を示す概略図である。

図 2 は、図 1 のウェハ研磨装置に用いられるテーブルの要部拡大断面図である。

図 3 は、図 2 のテーブルの模式的な拡大断面図。

図 4 A、図 4 B 及び図 4 C は、図 2 のテーブルを構成する多孔質炭化珪素焼結体における粒度分布を示すグラフ。

図 5 は、本発明の第 2 実施例のテーブルの模式的な拡大断面図。

図 6 A は、本発明の第 3 実施例のテーブルの要部拡大断面図、図 6 B は、図 6 A のテーブルの模式的な拡大断面図。

図 7 A、図 7 B 及び図 7 C は、図 6 A のテーブルの製造工程を説明するための概略断面図。

[発明を実施するための最良の形態]

(第 1 実施例)

以下、第 1 実施例のウェハ研磨装置 1 を図 1 ～図 4 に基づき詳細に説明する。

図 1 には、本実施例のウェハ研磨装置 1 が概略的に示されている。同ウェハ研磨装置 1 を構成しているテーブル 2 は円盤状である。テーブル 2 の上面は、半導体ウェハ 5 を研磨するための研磨面 2 a になっている。この研磨面 2 a には図示しない研磨クロスが貼り付けられている。本実施例のテーブル 2 は、冷却ジャケットを用いることなく、円柱状をした回転軸 4 の上端面に対して水平にかつ直接的に固定されている。従って、回転軸 4 を回転駆動させると、その回転軸 4 とともにテーブル 2 が一体的に回転する。

図 1 に示されるように、このウェハ研磨装置 1 は、複数（図 1 では図示の便宜上 2 つ）のウェハ保持プレート 6 を備えている。プレート 6 の形成材料としては、例えばガラスや、アルミナ等のセラミック材料や、ステンレス等の金属材料などが採用される。各ウェハ保持プレート 6 の片側面（非保持面 6 b）の中心部には、プッシャ棒 7 が固定されている。各プッシャ棒 7 はテーブル 2 の上方に位置するとともに、図示しない駆動手段に連結されている。各プッシャ棒 7 は各ウェハ保持プレート 6 を水平に支持している。このとき、保持面 6 a はテーブル 2 の研磨面 2 a に対向した状態となる。また、各プッシャ棒 7 はウェハ保持プレート 6 とともに回転することができるばかりでなく、所定範囲だけ上下動することができる。プレート 6 側を上下動させる方式に代え、テーブル 2 側を上下動させる構造を採用しても構わない。ウェハ保持プレート 6 の保持面 6 a には、半導体ウェハ 5 が例えば熱可塑性ワックス等の粘着剤を用いて貼着される。半導体ウェハ 5 は、保持面 6 a に対して真空引きによりまたは静電的に吸着されてもよい。このとき、半導体ウェハ 5 における被研磨面 5 a は、テーブル 2 の研磨面 2 a 側を向いている必要がある。

次に、テーブル 2 の構成について詳細に説明する。

図 1、図 2 に示されるように、本実施例のテーブル 2 は、2 枚の多孔質炭化珪素焼結体製の基材 1 1 A、1 1 B からなる積層セラミックス構造体である。上側基材 1 1 A の裏面には、流体流路である冷却用水路 1 2 の一部を構成する溝 1 3 が所定パターン状に形成されている。2 枚の基材 1 1 A、1 1 B 同士は、銀ろう材層 1 4 を介して互いに接合されることにより、一体化されている。その結果、基材 1 1 A、1 1 B の接合界面に水路 1 2 が形成される。下側基材 1 1 B の略中心部には、貫通孔 1 5 が形成されている。これらの貫通孔 1 5 は、回転軸 4 内に設けられた流路 4 a と、水路 1 2 とを連通させている。

水路 1 2 の一部を構成する溝 1 3 は、上側基材 1 1 A の裏面を生加工後かつ焼成前に研削加工することにより形成された研削溝である。溝 1 3 の深さは 3 mm ～ 10 mm 程度に、幅は 5 mm ～ 20 mm 程度にそれぞれ設定されることがよい。

ここで本実施例では、多孔質組織を構成する炭化珪素結晶の平均粒径が、20 μ

m以上という比較的大きな値に設定されている。熱が結晶の内部を伝導する効率は、熱が結晶間を伝導する効率に比べて一般に高いため、平均粒径が大きいほど熱伝導率が高くなる。また、気孔率が40%以下という小さい値に設定されている。このことも熱伝導性の向上に寄与している。即ち、気孔率が小さくなると焼結体内における空隙が減る結果、熱が伝導しやすくなるからである。

このため、熱伝導率が80 W/m・Kよりもかなり低い値である従来の多孔質体に比べて、焼結体内部に温度バラツキが生じにくくなる。その結果、焼結体に極めて高い均熱性及び熱応答性が付与される。また、熱応力の発生が確実に回避されて基材が反りにくくなる結果、焼結体に極めて高い形状安定性が付与される。

この場合、炭化珪素結晶の平均粒径が20 μ m未満であったり、気孔率が30%を超えるものであると、熱伝導率を80 W/m・K以上の高い値にすることが困難になる。従って、均熱性、熱応答性及び形状安定性の向上を十分に達成することができなくなる。なお、熱伝導率の値は80 W/m・K以上であることが必要であり、さらには100 W/m以上であることが好ましく、100 W/m・K～180 W/m・Kであることが特に好ましい。

炭化珪素結晶の平均粒径は、20 μ m～100 μ mに設定されることが好ましく、30 μ m～90 μ mに設定されることより好ましく、40 μ m～70 μ mに設定されることが最も好ましい。平均粒径が大きくなりすぎると、空隙部分が多くなり、焼結体の密度が低下してしまうおそれがある。

開放気孔の気孔率は、5%～30%に設定されることが好ましく、10%～25%に設定されることより好ましく、10%～20%に設定されることが最も好ましい。

また、焼結体は、平均粒径が0.1 μ m～1.0 μ mの細かい炭化珪素結晶（以下、細結晶21という）を10体積%～50体積%含み、かつ、平均粒径が25 μ m～65 μ mの粗い炭化珪素結晶（以下、粗結晶22という）を50体積%～90体積%含むものであることが好ましい。

上記のように、細結晶21と粗結晶22とが適宜の比率で含まれる焼結体の場合

、粗結晶 2 2 間に形成される空隙が細結晶 2 1 で埋まった状態となりやすく、実質的な空隙の比率が小さくなる。その結果、焼結体の熱抵抗がよりいっそう小さくなり、このことが熱伝導性の向上に大きく貢献しているものと考えられる。

細結晶 2 1 の平均粒径は、 $0.1 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$ に設定されることがよく、 $0.1 \mu\text{m} \sim 0.9 \mu\text{m}$ に設定されることがより好ましく、 $0.1 \mu\text{m} \sim 0.7 \mu\text{m}$ に設定されることが最も好ましい。細結晶 2 1 の平均粒径を極めて小さくしようとすると、高価な微粉末の使用が必要となるため、材料コストの高騰につながるおそれがある。逆に、細結晶 2 1 の平均粒径が大きくなりすぎると、粗結晶 2 2 間に形成される空隙を十分に埋めることができなくなり、焼結体の熱抵抗を十分に低減できなくなるおそれがある。

焼結体において細結晶 2 1 は、10 体積%～50 体積%含まれることがよく、15 体積%～40 体積%含まれることがより好ましく、20 体積%～40 体積%含まれることが最も好ましい。細結晶 2 1 の含有比率が小さくなりすぎると、粗結晶 2 2 間に形成される空隙を埋めるのに十分な量の細結晶 2 1 が確保されにくくなり、焼結体の熱抵抗を確実に低減できなくなるおそれがある。逆に、細結晶 2 1 の含有比率が大きくなりすぎると、空隙を埋める細結晶 2 1 がむしろ余剰となり、本来熱伝導性の向上に必要な程度の粗結晶 2 2 が確保されなくなる。従って、かえって焼結体の熱抵抗が大きくなるおそれがある。

さらに、焼結体において粗結晶 2 2 の平均粒径は、 $25 \mu\text{m} \sim 150 \mu\text{m}$ に設定されることがよく、 $40 \mu\text{m} \sim 100 \mu\text{m}$ に設定されることがより好ましく、 $60 \mu\text{m} \sim 80 \mu\text{m}$ に設定されることが最も好ましい。粗結晶 2 2 の平均粒径を極めて小さくしようとすると、細粒子 2 1 との粒径差が小さくなる結果、細結晶 2 1 と粗結晶 2 2 との混合による熱抵抗低減効果を期待できなくなるおそれがある。逆に、粗結晶 2 2 の平均粒径が大きくなりすぎると、粗結晶 2 2 間に形成される個々の空隙が大きくなることから、たとえ十分な量の細結晶 2 1 があつたとしても当該空隙を十分に埋めることは困難になる。よって、焼結体の熱抵抗を十分に低減できなくなるおそれがある。

焼結体において粗結晶 22 は、50 体積%～90 体積%含まれることがよく、60 体積%～85 体積%含まれることがより好ましく、60 体積%～80 体積%含まれることが最も好ましい。粗結晶 22 の含有比率が小さくなりすぎると、本来熱伝導率の向上に必要な程度の粗結晶 22 が確保されなくなり、かえって焼結体の熱抵抗が大きくなるおそれがある。逆に、粗結晶 22 の含有比率が大きくなりすぎると、相対的に細結晶 21 の含有比率が小さくなってしまい、粗結晶 22 間に形成される空隙を十分に埋めることができなくなる。よって、焼結体の熱抵抗を確実に低減できなくなるおそれがある。

次に、テーブル 2 を構成する多孔質炭化珪素焼結体の製造方法について述べる。

この多孔質炭化珪素焼結体は、粗粉末に微粉末を所定割合で配合して混合する材料調製工程、成形工程及び焼成工程を経て製造される。

材料調製工程においては、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ ～ $100\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末 100 重量部に対して、平均粒径 $0.1\ \mu\text{m}$ ～ $1.0\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末を 10 重量部～100 重量部を配合し、これを均一に混合することを行う。

α 型炭化珪素の粗粉末の平均粒径は、 $5\ \mu\text{m}$ ～ $100\ \mu\text{m}$ に設定されることがよく、 $15\ \mu\text{m}$ ～ $75\ \mu\text{m}$ に設定されることがより好ましく、 $25\ \mu\text{m}$ ～ $60\ \mu\text{m}$ に設定されることが最も好ましい。 α 型炭化珪素の粗粉末の平均粒径が $5\ \mu\text{m}$ 未満になると、異常粒成長を抑制する効果が低くなるおそれがある。逆に、 α 型炭化珪素の粗粉末の平均粒径が $60\ \mu\text{m}$ を超えると、成形性が悪化することに加え、得られる多孔質体の強度が低くなるおそれがある。

α 型炭化珪素の微粉末の平均粒径は、 $0.1\ \mu\text{m}$ ～ $1.0\ \mu\text{m}$ に設定されることがよく、 $0.1\ \mu\text{m}$ ～ $0.8\ \mu\text{m}$ に設定されることがより好ましく、 $0.2\ \mu\text{m}$ ～ $0.5\ \mu\text{m}$ に設定されることが最も好ましい。 α 型炭化珪素の微粉末の平均粒径が $0.1\ \mu\text{m}$ 未満になると、粒成長の制御が困難になることに加え、材料コストの高騰が避けられなくなる。逆に、 α 型炭化珪素の微粉末の平均粒径が $1.0\ \mu\text{m}$ を超えると、粗結晶 22 間に形成される空隙が埋まりにくくなるおそれがある。なお、微粉末として α 型を選択した理由は、 β 型に比べて結晶の配向性が向上するため、

熱伝導率がいくぶん高くなる傾向があるからである。

微粉末の配合量は、10重量部～100重量部であることがよく、15重量部～65重量部であることがより好ましく、20重量部～60重量部であることが最も好ましい。微粉末の配合量が少なすぎると、粗結晶22間に形成される空隙を埋めるのに十分な量の細結晶21が確保されにくくなり、焼結体の熱抵抗を十分に低減できなくなるおそれがある。また、20 μ m以上という所望の気孔径を得るために焼成温度を極めて高温に設定する必要性が生じ、コスト的に不利となる。逆に、微粉末の配合量が多すぎると、熱伝導性の向上に必要な程度の粗結晶22が確保されなくなる結果、焼結体の熱抵抗が大きくなるおそれがある。また、強度に優れた焼結体を得ることも困難になる。

上記の材料調製工程においては、前記2種の粉末とともに、成形用バインダや分散溶媒が必要に応じて配合される。そして、これを均一に混合・混練して粘度を適宜調製することにより、まず原料スラリーが得られる。なお、原料スラリーを混合する手段としては、振動ミル、アトライター、ボールミル、コロイドミル、高速ミキサー等がある。混合された原料スラリーを混練する手段としては、例えばニーダー等がある。

成形用バインダとしては、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂等がある。成形用バインダの配合割合は、一般に炭化珪素粉末の合計100重量部に対し、1重量部～10重量部の範囲であることが好適である。この比率が1重量部未満であると、得られる成形体の強度が不十分となり、取扱性が悪くなる。逆に、この比率が10重量部を超えるものであると、乾燥等によって成形用バインダを除去する際に成形体にクラックが生じやすくなり、歩留まりが悪化してしまう。

分散溶媒としては、ベンゼン、シクロヘキサン等の有機溶剤、メタノール等のアルコール、水等が使用可能である。

次いで、原料スラリーを用いて炭化珪素の顆粒が形成される。炭化珪素粉末を顆

粒化する方法としては、噴霧乾燥による顆粒化法（いわゆるスプレードライ法）のように、従来からある汎用技術を用いることができる。即ち、原料スラリーを高温状態に維持した容器内へ噴霧し、急速に乾燥を行なう方法などが適用可能である。

ここで、顆粒水分率は0.1重量%～2.0重量%であることがよく、0.2重量%～1.0重量%であることがさらによい。その理由は、顆粒水分率が上記範囲内であると、成形体密度及び焼結体密度が高くなる結果、熱伝導率が高くなるからである。顆粒水分率が0.1重量%未満であると、成形体密度及び焼結体密度が十分に高くなり、熱伝導率が高くなりにくくなる。逆に、顆粒水分率が2.0重量%を超えると、乾燥時に成形体にクラックが入りやすくなるおそれがあり、歩留まりの悪化につながってしまう。

続く成形工程においては、材料調製工程により得られた混合物からなる顆粒を所定形状に成形して成形体を作製する。

その際の成形圧力は、 $1.0 \text{ t/cm}^2 \sim 1.5 \text{ t/cm}^2$ であることがよく、 $1.1 \text{ t/cm}^2 \sim 1.4 \text{ t/cm}^2$ であることがさらによい。その理由は、成形体溝及び焼結体密度が高くなる結果、熱伝導率が高くなるからである。成形圧力が 1.0 t/cm^2 未満であると、成形体密度及び焼結体密度が十分に高くなり、熱伝導率が高くなりにくくなる。逆に、 1.5 t/cm^2 よりも大きな圧力で成形を行った場合、成形体密度等を十分に高くすることができる反面、専用のプレス装置が必要となり、設備コストの高騰や製造の困難化を招く結果となる。

また、成形体の密度は、 2.0 g/cm^3 以上に設定されることがよく、特に $2.2 \text{ g/cm}^3 \sim 2.7 \text{ g/cm}^3$ に設定されることが好ましい。その理由は、成形体の密度が小さすぎると、炭化珪素粒子相互の結合箇所が少なくなるからである。よって、得られる多孔質体の強度が低くなり、取扱性が悪くなる。逆に、成形体の密度を大きくしようとする、上記のごとく専用のプレス装置が必要となり、設備コストの高騰や製造の困難化を招く結果となる。

続く焼成工程においては、成形工程によって得られた成形体を $1700^\circ\text{C} \sim 2400^\circ\text{C}$ の温度範囲で、好ましくは $2000^\circ\text{C} \sim 2300^\circ\text{C}$ の温度範囲で、特に好ま

しくは2000℃～2300℃の温度範囲で焼成して焼結体を作製する。

焼成温度が低すぎると、炭化珪素粒子同士を結合するネック部を十分に発達させることが困難になり、高熱伝導率及び高強度を達成できなくなる場合がある。逆に、焼成温度が高すぎると、炭化珪素の熱分解が始まる結果、焼結体の強度低下を来してしまう。しかも、焼成炉に投じる熱エネルギー量が増大する結果、コスト的に不利となる。

また、焼成時において焼成炉の内部は、例えばアルゴン、ヘリウム、ネオン、窒素、水素及び一酸化炭素の中から選択される少なくとも一種からなるガス雰囲気（即ち非酸化性雰囲気、不活性雰囲気）に保たれるべきである。なお、このとき焼成炉内を真空状態にしてもよい。

さらに焼成時においては、ネック部の成長を促進させるために、成形体からの炭化珪素の揮散を抑制することが有利である。成形体からの炭化珪素の揮散を抑制する方法としては、外気の侵入を遮断可能な耐熱性の容器内に成形体を装入することが有効である。耐熱性の容器の形成材料としては、黒鉛または炭化珪素が好適である。

そして、以上の各工程を実施すれば、均熱性、熱応答性及び形状安定性に極めて優れた多孔質炭化珪素焼結体を確実に製造することができる。

以下、本実施例をより具体化したいくつかの参考例を紹介する。

[参考例1-1]

参考例1-1の作製においては、出発材料として、平均粒径30 μ mの α 型炭化珪素の粗粉末（#400）と、平均粒径0.3 μ mの α 型炭化珪素の微粉末（GMF-15H2）とを準備した。そして、粗粉末100重量部に対して、微粉末を30重量部を配合し、これを均一に混合した。

この混合物100重量部に対し、ポリビニルアルコール5重量部、水50重量部を配合した後、ボールミル中にて5時間混合することにより、均一な混合物を得た。この混合物を所定時間乾燥して水分をある程度除去した後、その乾燥混合物を適量採取しかつ顆粒化した。このとき、顆粒の水分率を約0.8重量%になるように

調節した。次いで、混合物の顆粒を、金属製押し型を用いて 1.3 t/cm^2 のプレス圧力で成形した。得られた円盤状の生成形体 ($50 \text{ mm } \phi$ 、 5 mm t) の密度は 2.6 g/cm^3 であった。

続いて、後に上側基材 11A となるべき成形体の底面を研削加工することにより、深さ 5 mm かつ幅 10 mm の溝 13 を底面のほぼ全域に形成した。

次いで、ルツボに生成形体を装入し、タンマン型焼成炉を使用してその焼成を行った。焼成は 1 気圧のアルゴンガス雰囲気中において実施した。また、焼成時には 10°C/分 の昇温速度で最高温度である 2200°C まで加熱し、その後はその温度で 4 時間保持することとした。

得られた多孔質炭化珪素焼結体製の基材 11A、11B の開放気孔 23 の気孔率は 20%、熱伝導率は $130 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 、密度は 2.5 g/cm^3 であった。また、炭化珪素結晶の平均粒径は $30 \mu\text{m}$ であった。具体的には、平均粒径が $1.0 \mu\text{m}$ の細結晶 21 を 20 体積% 含み、かつ、平均粒径が $40 \mu\text{m}$ の粗結晶 22 を 80 体積% 含んでいた。図 4C に参考例 1-1 の焼結体における粒度分布のグラフを示す。

続いて、従来公知の手法による面出し加工を行った後、銀ロウ材を用いて 2 枚の基材 11A、11B を接合して一体化した。さらに、上側基材 11A の表面に研磨加工を施すことにより、最終的にテーブル 2 を完成した。

このようにして得られた参考例 1-1 のテーブル 2 を上記各種の研磨装置 1 にセットし、水路 12 内に冷却水 W を常時循環させつつ、各種サイズの半導体ウェハ 5 の研磨を行なった。そして、各種の研磨装置 1 による研磨を経て得られた半導体ウェハ 5 を観察したところ、ウェハサイズの如何を問わず、ウェハ 5 には傷が付いていなかった。また、ウェハ 5 に大きな反りが生じるようなこともなかった。つまり、本参考例のテーブル 2 を用いた場合、極めて大口径・高品質な半導体ウェハ 5 が得られることがわかった。

なお、図 3 は参考例 1-1 のテーブル 2 を拡大して概念的に示した断面図である。このテーブル 2 を構成する多孔質炭化珪素焼結体は、細結晶 21 と粗結晶 22 と

を含んでいる。粗結晶 2 2 間に形成される空隙は、細結晶 2 1 でほぼ埋まった状態となっている。従って、実質的な空隙の比率、つまり開放気孔 2 3 の気孔率はかなり小さいものとなっていることが把握できる。

[参考例 1-2]

参考例 1-2 の作製においては、平均粒径 $3.5 \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末（# 360）を用いるとともに、粗粉末 100 重量部に対して、微粉末を 30 重量部を配合し、これを均一に混合した。それ以外の条件については、基本的に参考例 1-1 と同様にした。

その結果、得られた多孔質炭化珪素焼結体製の基材 1 1 A, 1 1 B の開放気孔 2 3 の気孔率は 17%、熱伝導率は $1.45 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 、密度は 2.55 g/cm^3 であった。また、炭化珪素結晶の平均粒径は $3.6 \mu\text{m}$ であった。具体的には、平均粒径が $1.0 \mu\text{m}$ の細結晶 2 1 を 20 体積%含み、かつ、平均粒径が $4.5 \mu\text{m}$ の粗結晶 2 2 を 80 体積%含んでいた。図 4 B に参考例 1-2 の焼結体における粒度分布のグラフを示す。

参考例 1 と同じ手順でテーブル 2 を完成させた後、それを上記各種の研磨装置 1 にセットし、各種サイズの半導体ウェハ 5 の研磨を行なったところ、参考例 1-1 とほぼ同様の優れた結果が得られた。

[参考例 1-3]

参考例 1-3 の作製においては、平均粒径 $5.7 \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末（# 240）を用いるとともに、粗粉末 100 重量部に対して、微粉末を 30 重量部を配合し、これを均一に混合した。それ以外の条件については、基本的に参考例 1-1 と同様にした。

その結果、得られた多孔質炭化珪素焼結体製の基材 1 1 A, 1 1 B の開放気孔 2 3 の気孔率は 15%、熱伝導率は $1.50 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 、密度は 2.6 g/cm^3 であった。また、炭化珪素結晶の平均粒径は $6.5 \mu\text{m}$ であった。具体的には、平均粒径が $1.0 \mu\text{m}$ の細結晶 2 1 を 20 体積%含み、かつ、平均粒径が $8.0 \mu\text{m}$ の粗結晶 2 2 を 80 体積%含んでいた。図 4 A に参考例 1-3 の焼結体における粒度分布の

グラフを示す。

参考例 1 と同じ手順でテーブル 2 を完成させた後、それを上記各種の研磨装置 1 にセットし、各種サイズの半導体ウェハ 5 の研磨を行なったところ、参考例 1 - 1 とほぼ同様の優れた結果が得られた。

〔比較例 1〕

比較例 1 の作製においては、平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末を用いるとともに、粗粉末 100 重量部に対して、平均粒径 $0.7\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末を 45 重量部を配合し、これを均一に混合した。それ以外の条件については、基本的に参考例 1 - 1 と同様にした。

この混合物 100 重量部に対し、ポリビニルアルコール 5 重量部、水 50 重量部を配合した後、ボールミル中にて 5 時間混合することにより、均一な混合物を得た。この混合物を所定時間乾燥して水分をある程度除去した後、その乾燥混合物を適量採取しかつ顆粒化した。次いで、混合物の顆粒を、金属製押し型を用いて $0.6\ \text{t}/\text{cm}^2$ のプレス圧力で成形した。得られた円盤状の生成形体の密度は $2.0\ \text{g}/\text{cm}^3$ であった。

続いて、後に上側基材 11 A となるべき成形体の底面を研削加工することにより、深さ 5 mm かつ幅 10 mm の溝 13 を底面のほぼ全域に形成した。

次いで、外気を遮断することができる黒鉛製ルツボに生成形体を装入し、タンマン型焼成炉を使用してその焼成を行なった。焼成は 1 気圧のアルゴンガス雰囲気中において実施した。また、焼成時においては $10^\circ\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で最高温度である 1700°C まで加熱し、その後はその温度で 4 時間保持することとした。

その結果、得られた多孔質炭化珪素焼結体製の基材 11 A、11 B の開放気孔 23 の気孔率は 38%、熱伝導率は $50\ \text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 、密度は $2.0\ \text{g}/\text{cm}^3$ であった。また、炭化珪素結晶の平均粒径は $10\ \mu\text{m}$ であった。

従って、本実施例の各参考例によれば以下のような効果を得ることができる。

(1) 各参考例のテーブル 2 を構成する多孔質炭化珪素焼結体では、いずれも炭化珪素結晶の平均粒径が $20\ \mu\text{m} \sim 100\ \mu\text{m}$ 、気孔率が 5% ~ 30%、熱伝導率

が $80 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 以上になっている。また、これらの焼結体は、いずれも平均粒径が $0.1 \mu\text{m} \sim 1.0 \mu\text{m}$ の細結晶 21 を 10 体積% \sim 50 体積% 含み、かつ、平均粒径が $25 \mu\text{m} \sim 65 \mu\text{m}$ の粗結晶 22 を 50 体積% \sim 90 体積% 含んでいる。

ゆえに、熱伝導率の値が $100 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ を超えるものとなり、テーブル 2 に極めて高い熱伝導性が付与される。このため、従来品に比べて焼結体内部に温度バラツキが生じにくくなる。その結果、焼結体に極めて高い均熱性及び熱応答性が付与される。また、熱応力の発生が確実に回避されて基材 11A, 11B が反りにくくなる結果、焼結体に極めて高い形状安定性が付与される。そして、これによりウェハ 5 の大口径化・高品質化を確実に達成することができるようになる。

(2) このテーブル 2 の場合、基材 11A, 11B の接合界面に存在する水路 12 に冷却水 W を流すことができる。そのため、半導体ウェハ 5 の研磨時に発生した熱をテーブル 2 から直接かつ効率よく逃がすことができ、しかも温度制御を細かく行うことができる。よって、冷却ジャケットにテーブル 2 を載せて間接的に冷却を行う従来装置に比べ、テーブル 2 内の温度バラツキが極めて小さくなり、均熱性及び熱応答性も格段に向上する。ゆえに、この装置 1 によれば、ウェハ 5 が熱による悪影響を受けにくくなり、ウェハ 5 の大口径化に対応することができるようになる。しかも、ウェハ 5 を高い精度で研磨することが可能となるため、高品質化にも対応することができるようになる。

なお、本実施例は以下のように変更されることが可能である。

- ・ 基材 11A, 11B 同士は、ろう材に代表される金属系接合材を用いて接合されてもよいほか、樹脂からなる接着剤（例えばエポキシ樹脂等）を用いて接合されてもよい。

- ・ 基材 11A, 11B 同士は、必ずしもろう材層 14 を介して接合されていなくてもよく、例えばろう材層 14 を省略する代わりに、基材 11A, 11B 同士をボルトとナットとの締結によって一体化しても構わない。

- ・ 2 層構造をなす実施形態のテーブル 2 に代えて、3 層構造をなすテーブルに具体化してもよい。勿論、4 層以上の積層構造にしても構わない。

- ・ 溝 1 3 は上側基材 1 1 A のみに形成されていてもよいほか、下側基材 1 1 B のみに形成されていてもよく、あるいは両方の基材 1 1 A, 1 1 B に形成されていてもよい。

- ・ 本実施例のテーブル 2 の使用にあたって、水路 1 2 内に水以外の液体を循環させてもよく、さらには気体を循環させてもよい。

- ・ 本発明の多孔質炭化珪素焼結体は、ウェハ研磨装置におけるテーブル 2 に利用されてもよいほか、テーブル以外の部材（ウェハトッププレート等）に利用されてもよい。勿論、本発明は、ウェハ研磨装置用テーブル 2 等に代表される半導体製造装置の構成材料に利用されるのみにとどまらない。例えば、同焼結体を電子部品搭載用基板の放熱体利用してもよい。また、同焼結体を、メカニカルシールや軸受等の耐磨耗材料、高温炉用の耐火材、熱交換器、燃焼管等の耐熱構造材料、ポンプ部品等の耐腐食材料などに利用することも勿論可能である。

（第 2 実施例）

以下、第 2 実施例のテーブル 2 を図 5 に基づき説明する。なお、第 1 実施例と共通の構成については詳細な説明を省略する。

本実施例の炭化珪素・金属複合体では、炭化珪素結晶の平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以上、気孔率が 30 % 以下、熱伝導率が $160\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上になっている。また、炭化珪素 100 重量部に対して 15 重量部～50 重量部の金属が含浸されている。

多孔質組織を構成する炭化珪素結晶の平均粒径は、 $20\ \mu\text{m}$ 以上という比較的大きな値に設定されている。その理由は、熱が結晶の内部を伝導する効率は熱が結晶間を伝導する効率に比べて一般に高いため、平均粒径が大きいほど熱伝導率が高くなるからである。また、多孔質組織の気孔率が 30 % 以下という小さい値に設定されていることも、熱伝導性の向上に寄与している。即ち、気孔率が小さくなると多孔質組織内における空隙が減る結果、熱が伝導しやすくなるからである。さらに、炭化珪素 100 重量部に対して 15 重量部～50 重量部の金属が含浸されていることも、熱伝導率の向上に寄与している。

このため、全体としての熱伝導率が $160\text{ W/m}\cdot\text{K}$ よりもかなり低い値である

従来の複合体に比べて、内部に温度バラツキが生じにくくなる。その結果、複合体に極めて高い均熱性及び熱応答性が付与される。また、熱応力の発生が確実に回避されて基材 11A, 11B が反りにくくなる結果、複合体に極めて高い形状安定性が付与される。

この場合、炭化珪素結晶の平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 未満であったり、気孔率が 30% を超えるものであると、含浸を行ったとしても熱伝導率を $160\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上の高い値にすることが困難になる。従って、均熱性、熱応答性及び形状安定性の向上を十分に達成することができなくなる。なお、熱伝導率の値は $160\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上であることが必要であり、さらには $180\text{ W/m}\cdot\text{K}\sim 280\text{ W/m}\cdot\text{K}$ であることが好ましく、 $200\text{ W/m}\cdot\text{K}\sim 260\text{ W/m}\cdot\text{K}$ であることが特に好ましい。

本実施例では、炭化珪素 100 重量部に対して 15 重量部～50 重量部の金属が含浸されている必要がある。金属含浸を行うと、金属が焼結体の開放気孔 23 内に埋まり込むことによって見かけ上は緻密体となり、結果として熱伝導性及び強度の向上が図られるからである。

上記の含浸用金属としては、特に金属シリコン 24 を選択することがよい。金属シリコン 24 は炭化珪素との馴染みがよい物質であることに加え、それ自体が高い熱伝導率を有している。ゆえに、金属シリコン 24 を焼結体の開放気孔内に充填することによって、熱伝導性及び強度の向上を確実に達成することができるからである。

この場合、金属シリコン 24 は、炭化珪素 100 重量部に対して 15 重量部～45 重量部含浸されていることがよく、さらには 15 重量部～30 重量部含浸されていることが好ましい。含浸量が 15 重量部未満であると、開放気孔 23 を十分に埋めることができなくなり、複合体の熱抵抗を確実に低減できなくなるおそれがある。逆に、含浸量が 30 重量部を超えるようになると、結晶部分の比率が相対的に低下してしまう結果、場合によってはかえって熱伝導率が低下してしまう可能性がある。

なお、金属シリコン 24 以外のもの、例えば金属アルミニウムを選択した場合には、それが炭化珪素 100 重量部に対して 20 重量部～50 重量部含浸されていることがよい。含浸量が上記範囲を逸脱すると、熱伝導率の低下を来すおそれがあるからである。

次に、テーブル 2 を構成する多孔質炭化珪素焼結体の製造方法について述べる。

本実施例の多孔質炭化珪素焼結体は、粗粉末に微粉末を所定割合で配合して混合する材料調製工程、成形工程及び焼成工程、金属含浸工程を経て製造される。金属含浸工程は、焼成工程後に行われてもよいほか、焼成工程前に行われてもよい。なお、材料調製工程、成形工程及び焼成工程については、第 1 実施例において詳述したのでここではその説明を省略する。

焼成工程後になされる金属含浸工程では、以下のようにして焼結体（即ち未含浸の複合体）に金属を含浸する。

例えば、金属シリコン 24 を含浸するような場合、前もって焼結体に炭素質物質を含浸することが好ましい。このような炭素質物質としては、例えばフルフラール樹脂、フェノール樹脂、リグニンスルホン酸塩、ポリビニルアルコール、コーンスターチ、糖蜜、コールタールピッチ、アルギン酸塩のような各種有機物質が使用可能である。なお、カーボンブラック、アセチレンブラックのような熱分解炭素も同様に使用可能である。

炭素質物質をあらかじめ含浸する理由は、焼結体の開放気孔 23 の表面に新たな炭化珪素の膜が形成されるため、これによって熔融シリコンと多孔質体との結合が強固なものになるからである。また、炭素質物質の含浸によって、焼結体の強度も強くなるからである。

また、金属シリコン 24 を開放気孔 23 中へ充填する方法としては、例えば金属シリコン 24 を加熱熔融させて含浸するという方法がある。また、微粉化した金属シリコン 24 を分散媒液中に分散させ、この分散液を多孔質体に含浸させて乾燥した後、金属シリコンの熔融温度以上に加熱するという方法も適用可能である。

もっとも金属含浸工程は、成形体に対して、言いかえると焼成工程の前に行われ

てもよい。この方法によると、得られる製品の品質は若干劣る反面、省電力化が図られることで低コスト化を達成することができる。

以下、本実施例をより具体化したいくつかの参考例を紹介する。

[参考例 2-1]

参考例 2-1 の作製においては、出発材料として、平均粒径 $30\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末 (#400) と、平均粒径 $0.3\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末 (GMF-15H2) とを準備した。そして、粗粉末 100 重量部に対して、微粉末を 30 重量部を配合し、これを均一に混合した。

この混合物 100 重量部に対し、ポリビニルアルコール 5 重量部、フェノールレジン 3 重量部、水 50 重量部を配合した後、ボールミル中にて 5 時間混合することにより、均一な混合物を得た。この混合物を所定時間乾燥して水分をある程度除去した後、その乾燥混合物を適量採取しかつ顆粒化した。このとき、顆粒の水分率を約 0.8 重量%になるように調節した。次いで、混合物の顆粒を、金属製押し型を用いて $1.3\ \text{t}/\text{cm}^2$ のプレス圧力で成形した。得られた円盤状の生成形体 ($50\ \text{mm}\ \phi$ 、 $5\ \text{mm}\ \text{t}$) の密度は $2.6\ \text{g}/\text{cm}^3$ であった。

続いて、後に上側基材 11A となるべき成形体の底面を研削加工することにより、深さ $5\ \text{mm}$ かつ幅 $10\ \text{mm}$ の溝 13 を底面のほぼ全域に形成した。

次いで、黒鉛製ルツボに生成形体を装入し、タンマン型焼成炉を使用してその焼成を行なった。焼成は 1 気圧のアルゴンガス雰囲気中において実施した。また、焼成時においては $10^\circ\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で最高温度である 2200°C まで加熱し、その後はその温度で 4 時間保持することとした。

次いで、得られた多孔質焼結体にフェノール樹脂 (炭化率 30 重量%) をあらかじめ真空含浸し、かつ乾燥した。その後、多孔質焼結体の表面に、金属シリコン 24 を含むスラリーをコーティングした。ここではスラリーとして、平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 、純度が 99.9999 重量%以上の金属シリコンの粉末 100 重量部と、5% アクリル酸エステル・ベンゼン溶液 60 重量部とが混合されたものを用いた。そして、金属シリコン 24 をコーティングした多孔質焼結体をアルゴンガス気流中で 4

50℃/時間の昇温速度で加熱し、最高温度1450℃で約1時間保持した。このような処理により金属シリコンを多孔質焼結体中へ浸透させて、炭化珪素・金属複合体を得た。なお、ここでは炭化珪素100重量部に対する金属シリコン24の含浸量を、30重量部に設定した。

得られた炭化珪素・金属複合体製の基材11A, 11Bでは、多孔質組織における開放気孔23の気孔率が20%、全体としての熱伝導率が210W/m・K、全体としての密度が3.0g/cm³であった。また、炭化珪素結晶の平均粒径は30μmであった。具体的には、平均粒径が1.0μmの細結晶21を20体積%含み、かつ、平均粒径が40μmの粗結晶22を80体積%含んでいた。図4Cのグラフは参考例2-1における粒度分布を示すものである。

続いて、従来公知の手法による面出し加工を行った後、銀ロウ材を用いて2枚の基材11A, 11Bを接合して一体化した。さらに、上側基材11Aの表面に研磨加工を施すことにより、最終的にテーブル2を完成した。

このようにして得られた実施例2-1のテーブル2を上記各種の研磨装置1にセットし、水路12内に冷却水Wを常時循環させつつ、各種サイズの半導体ウェハ5の研磨を行なった。そして、各種の研磨装置1による研磨を経て得られた半導体ウェハ5を観察したところ、ウェハサイズの如何を問わず、ウェハ5には傷が付いていなかった。また、ウェハ5に大きな反りが生じるようなこともなかった。つまり、本参考例のテーブル2を用いた場合、極めて大口径・高品質な半導体ウェハ5が得られることがわかった。

なお、図5は参考例2-1のテーブル2を拡大して概念的に示した断面図である。このテーブル2を構成する炭化珪素・金属複合体は、細結晶21と粗結晶22とを含んでいる。粗結晶22間に形成される空隙は、細結晶21でほぼ埋まった状態となっている。従って、実質的な空隙の比率、つまり開放気孔23の気孔率はかなり小さいものとなっていることが把握できる。これに加えて、残っている空隙には金属シリコン24が埋まり込んだ状態となっている。

[参考例2-2]

実施例 2-2 の作製においては、平均粒径 $35\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末（#360）を用いるとともに、粗粉末 100 重量部に対して、微粉末を 40 重量部を配合し、これを均一に混合した。それ以外の条件については、基本的に参考例 2-1 と同様にした。

その結果、得られた炭化珪素・金属複合体製の基材 11A, 11B の多孔質組織の開放気孔の気孔率は 17%、全体の熱伝導率は $220\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 、密度は 3.0 g/cm^3 であった。また、炭化珪素結晶の平均粒径は $36\ \mu\text{m}$ であった。具体的には、平均粒径が $1.0\ \mu\text{m}$ の細結晶 21 を 20 体積% 含み、かつ、平均粒径が $45\ \mu\text{m}$ の粗結晶 22 を 80 体積% 含んでいた。図 4B のグラフは参考例 2-2 における粒度分布を示す。

参考例 2-1 と同じ手順でテーブル 2 を完成させた後、それを上記各種の研磨装置 1 にセットし、各種サイズの半導体ウェハ 5 の研磨を行なったところ、参考例 2-1 とほぼ同様の優れた結果が得られた。

[参考例 2-3]

参考例 2-3 の作製においては、平均粒径 $57\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末（#240）を用いるとともに、粗粉末 100 重量部に対して、微粉末を 40 重量部を配合し、これを均一に混合した。それ以外の条件については、基本的に参考例 2-1 と同様にした。

その結果、得られた炭化珪素・金属複合体製の基材 11A, 11B の開放気孔 23 の気孔率は 15%、熱伝導率は $230\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 、密度は 3.1 g/cm^3 であった。また、炭化珪素結晶の平均粒径は $65\ \mu\text{m}$ であった。具体的には、平均粒径が $1.0\ \mu\text{m}$ の細結晶 21 を 20 体積% 含み、かつ、平均粒径が $80\ \mu\text{m}$ の粗結晶 22 を 80 体積% 含んでいた。図 4A のグラフは参考例 2-3 における粒度分布を示す。

参考例 2-1 と同じ手順でテーブル 2 を完成させた後、それを上記各種の研磨装置 1 にセットし、各種サイズの半導体ウェハ 5 の研磨を行なったところ、参考例 2-1 とほぼ同様の優れた結果が得られた。

[比較例 2]

比較例 2 の作製においては、平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末を用いるとともに、粗粉末 100 重量部に対して、平均粒径 $0.7\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末を 45 重量部を配合し、これを均一に混合した。それ以外の条件については、基本的に参考例 2-1 と同様にした。

この混合物 100 重量部に対し、ポリビニルアルコール 5 重量部、水 50 重量部を配合した後、ボールミル中にて 5 時間混合することにより、均一な混合物を得た。この混合物を所定時間乾燥して水分をある程度除去した後、その乾燥混合物を適量採取しかつ顆粒化した。次いで、混合物の顆粒を、金属製押し型を用いて $0.6\ \text{t}/\text{cm}^2$ のプレス圧力で成形した。得られた円盤状の生成形体の密度は $2.0\ \text{g}/\text{cm}^3$ であった。この後、参考例 1-1 と同じ条件にて金属シリコン 24 の含浸を行った。

続いて、後に上側基材 11A となるべき成形体の底面を研削加工することにより、深さ 5 mm かつ幅 10 mm の溝 13 を底面のほぼ全域に形成した。

次いで、黒鉛製ルツボに生成形体を装入し、タンマン型焼成炉を使用してその焼成を行なった。焼成は 1 気圧のアルゴンガス雰囲気中において実施した。また、焼成時においては $10^\circ\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で最高温度である 1700°C まで加熱し、その後はその温度で 4 時間保持することとした。

その結果、得られた炭化珪素・金属複合体製の基材 11A、11B の多孔質組織の開放気孔 23 の気孔率は 38%、熱伝導率は $130\ \text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 、密度は $2.8\ \text{g}/\text{cm}^3$ であった。また、炭化珪素結晶の平均粒径は $10\ \mu\text{m}$ であった。

従って、本実施例の各参考例によれば以下のような効果を得ることができる。

(1) 各参考例のテーブル 2 を構成する複合体では、いずれも炭化珪素結晶の平均粒径が $20\ \mu\text{m} \sim 100\ \mu\text{m}$ 、多孔質組織の気孔率が 5%~30%、全体としての熱伝導率が $160\ \text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上になっている。また、炭化珪素 100 重量部に対して 15 重量部~45 重量部の金属シリコン 24 が含浸されている。

しかも、これらの複合体は、いずれも平均粒径が $0.1\ \mu\text{m} \sim 1.0\ \mu\text{m}$ の細結

晶を10体積%～50体積%含み、かつ、平均粒径が $25\mu\text{m}$ ～ $150\mu\text{m}$ の粗結晶を50体積%～90体積%含んでいる。

ゆえに、熱伝導率の値がいずれも $160\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ を超えるものとなり、テーブル2に極めて高い熱伝導性が付与される。このため、従来品に比べて複合体内部に温度バラツキが生じにくくなる。その結果、複合体に極めて高い均熱性及び熱応答性が付与される。また、熱応力の発生が確実に回避されて基材11A、11Bが反りにくくなる結果、複合体に極めて高い形状安定性が付与される。そして、これによりウェハ5の大口径化・高品質化を確実に達成することができるようになる。

(2) このテーブル2の場合、基材11A、11Bの接合界面に存在する水路12に冷却水Wを流すことができる。そのため、半導体ウェハ5の研磨時に発生した熱をテーブル2から直接かつ効率よく逃がすことができ、しかも温度制御を細かく行うことができる。よって、冷却ジャケットにテーブル2を載せて間接的に冷却を行う従来装置に比べ、テーブル2内の温度バラツキが極めて小さくなり、均熱性及び熱応答性も格段に向上する。ゆえに、この装置1によれば、ウェハ5が熱による悪影響を受けにくくなり、ウェハ5の大口径化に対応することができるようになる。しかも、ウェハ5を高い精度で研磨することが可能となるため、高品質化にも対応することができるようになる。

なお、本実施例は以下のように変更されることが可能である。

- ・ 焼結体に含浸される含浸用金属は、本実施例にて示した金属シリコン24のみに限定されることはない。例えば、アルミニウム、金、銀、銅、チタン等といった、各種の導電性金属材料を用いて含浸を行っても勿論構わない。

(第3実施例)

次に、図6、図7に基づいて第3実施例のテーブル2及びその製造方法を説明する。なお、上記各実施例と共通の構成については詳細な説明を省略する。

本実施例のテーブル2では、ロウ材層14ではなく金属シリコン24からなる接合層31を介して、炭化珪素・金属複合体18同士が接合されている。

炭化珪素・金属複合体18及び金属シリコン24からなる接合層31の熱膨張係

数差は極めて小さい。このため、上記構成によれば、接合界面におけるクラックや剥がれの発生を防止することができる。ゆえに、ヒートサイクルを受けても破壊しにくく、長期信頼性に優れた複合体 18 となる。また、金属シリコン 24 は一般的な接着剤に比べて格段に高い熱伝導率を有するため、接合界面において熱抵抗を増大させるという心配もない。よって、熱伝導性に優れた複合体 18 とすることができる。

金属シリコン 24 からなる接合層 31 の厚さは、 $10\ \mu\text{m}$ ～ $1500\ \mu\text{m}$ であることがよく、さらには $100\ \mu\text{m}$ ～ $500\ \mu\text{m}$ であることがよりよい。その理由は、接合層 31 が $10\ \mu\text{m}$ よりも薄いと、十分な接合強度が得られなくなるおそれがあるからである。逆に、接合層 31 を $1500\ \mu\text{m}$ よりも厚くしようとすると、含浸のときの温度、時間等の条件設定が難しくなり、接合作業が困難になるおそれがあるからである。

ここで、含浸用金属として特に金属シリコン 24 を選択した理由は、金属シリコン 24 は元来炭化珪素との馴染みがよい物質であることに加え、それ自体が高い熱伝導率を有しているからである。ゆえに、金属シリコン 24 を多孔質体 17 の開放気孔 23 内に充填することによって、熱伝導性及び強度の向上を確実に達成することができるからである。また、金属シリコン 24 は、接着剤のような樹脂材料とは異なり熱膨張係数が炭化珪素と極めて近似しているため、接合層 31 の材料として好適だからである。

次に、このテーブル 2 の製造手順を図 3 に基づいて説明する。

炭化珪素の多孔質体 17 は、粗粉末に微粉末を所定割合で配合して混合する材料調製工程、成形工程及び焼成工程、金属含浸・基材接合工程を経て製造される。材料調製工程、成形工程及び焼成工程については先の実施例にて既に詳述したので、ここではその説明を省略する。

焼成工程に続く金属含浸・基材接合工程では、以下のようにして未含浸の多孔質体 17 に金属シリコン 24 を含浸する。なお、金属シリコン 24 の含浸に際し、前もって多孔質体 17 に炭素質物質を含浸しておくことが好ましい。

まず、多孔質体 17 を複数枚積層し、かつその積層物の最上部に固体状の金属シリコン 24 を載置しておく（図 7 A, B 参照）。固体状の金属シリコン 24 として、本実施形態では塊状のものが用いられている。このほかにも、例えば粉末状のもの、粒状のもの、シート状のもの等を用いても構わない。また、固体状の金属シリコン 24 に代えてペースト状の金属シリコン 24 を用い、それを積層物の最上部に塗布しておくようにしてもよい。

そして、積層物を加熱炉内にセットし、所定時間かつ所定温度にて加熱する（図 7 C 参照）。その結果、固体状またはペースト状であった金属シリコン 24 が溶融するとともに、多孔質体 17 の開放気孔 23 内を通り抜けて流下する。その結果、多孔質体 17 内に金属シリコン 24 が含浸され、所望の炭化珪素・金属複合体 18 が得られる。そして、このとき同時に、金属シリコン 24 からなる接合層 31 を介して複合体 18 同士が接合された状態となる。

このときの加熱温度は、1500℃～2000℃に設定されることが好ましい。その理由は、1500℃よりも低いと、金属シリコン 24 を完全に溶融させて流動化させることができず、複合体 18 内に未含浸部分が生じたり、接合界面に未接合部分が生じたりするおそれがあるからである。逆に、2000℃よりも高いと、金属シリコン 24 が気化（昇華）する結果、十分量の金属シリコン 24 が接合界面に留まらなくなり、かえって接合強度の低下を来すおそれがあるからである。また、加熱時に熱エネルギーを浪費することになるため、経済性や生産性が低下するおそれもあるからである。

また、加熱時間は 1 時間以上に設定されることが好ましい。その理由は、1 時間未満であると、複合体 18 内に未含浸部分が生じたり、接合界面に未接合部分が生じたりするおそれがあるからである。

積層物の加熱は減圧下において、特に 5 torr 以下の条件下において行われることが好ましい。その理由は、減圧下であると多孔質体 17 内の空気が開放気孔から抜け出しやすくなり、その分だけ金属シリコン 24 をスムーズに含浸させることが可能になるからである。また、酸素の少ない環境にすることにより、金属シリ

コン 2 4 の酸化を防止するためである。

以下、本実施例をより具体化したいくつかの参考例を紹介する。

[参考例 3 - 1]

参考例 3 - 1 の作製においては、出発材料として、平均粒径 $30\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末 (# 4 0 0) と、平均粒径 $0.3\ \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末 (GMF - 1 5 H 2) とを準備した。そして、1 0 0 重量部の粗粉末に対して、微粉末を 3 0 重量部を配合し、これを均一に混合した。

この混合物 1 0 0 重量部に対し、ポリビニルアルコール 5 重量部、フェノールレジジン 3 重量部、水 5 0 重量部を配合した後、ボールミル中にて 5 時間混合することにより、均一な混合物を得た。この混合物を所定時間乾燥して水分をある程度除去した後、その乾燥混合物を適量採取しかつ顆粒化した。このとき、顆粒の水分率を約 0.8 重量%になるように調節した。次いで、混合物の顆粒を、金属製押し型を用いて $1.3\ \text{t}/\text{cm}^2$ のプレス圧力で成形した。得られた円盤状の生成形体 ($50\ \text{mm}\ \phi$ 、 $5\ \text{mm}\ \text{t}$) の密度は $2.6\ \text{g}/\text{cm}^3$ であった。

続いて、後に上側基材 1 1 A となるべき成形体の底面を研削加工することにより、深さ $5\ \text{mm}$ かつ幅 $10\ \text{mm}$ の溝 1 3 を底面のほぼ全域に形成した。

次いで、黒鉛製ルツボに生成形体を装入し、タンマン型焼成炉を使用してその焼成を行なった。焼成は 1 気圧のアルゴンガス雰囲気中において実施した。また、焼成時においては $10^\circ\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で最高温度である 2200°C まで加熱し、その後はその温度で 4 時間保持することとした。

続く金属含浸・基材接合工程では、得られた多孔質体 1 7 にフェノール樹脂 (炭化率 3 0 重量%) をあらかじめ真空含浸し、かつ乾燥した。そして、多孔質体 1 7 を 2 枚積層し、かつその積層物の最上部に塊状の金属シリコン 2 4 を載置しておく。なお、ここでは純度が 99.99 重量%以上の塊状の金属シリコン 2 4 を使用した。そして、塊状の金属シリコン 2 4 が載置された積層物を加熱炉内にセットし、これを $1\ \text{torr}$ の減圧下で加熱して、最高温度 1800°C で約 3 時間保持した。このような処理の結果、固体状であった金属シリコン 2 4 を熔融させ、多孔質体 1 7 内

に金属シリコン24を含浸させた。このとき同時に、金属シリコン24からなる接合層31を介して、複合体18同士を接合した。なお、ここでは炭化珪素100重量部に対する金属シリコン24の含浸量を、30重量部に設定した。また、金属シリコン24からなる接合層31の厚さを150 μ mに設定した。

得られた炭化珪素・金属複合体18製の基材11A、11Bでは、多孔質組織における開放気孔23の気孔率が20%、全体としての熱伝導率が210W/m \cdot K、全体としての密度が3.0g/cm³であった。また、炭化珪素結晶21、22の平均粒径は30 μ mであった。具体的には、平均粒径が1.0 μ mの細結晶21を20体積%含み、かつ、平均粒径が40 μ mの粗結晶22を80体積%含んでいた。

また、本実施例の多孔質体17の熱膨張係数は4.0 $\times 10^{-6}$ / $^{\circ}$ Cであった。一方、金属シリコン24からなる接合層31の熱膨張係数は4.2 $\times 10^{-6}$ / $^{\circ}$ Cであり、多孔質体17のそれと極めて近似していた。金属シリコン24からなる接合層31の熱伝導率は150W/m \cdot Kであり、高熱伝導体といい得るものであった。

続いて、上側基材11Aの表面に研磨加工を施すことにより、最終的にテーブル2を完成した。

このようにして得られた参考例3-1のテーブル2の曲げ強度を従来公知の手法により複数回測定したところ、その平均値は約550MPaであった。

図6Bにおいて概略的に示されるように、多孔質体17内に含浸されている金属シリコン24と、接合層31を構成する金属シリコン24とは、境目なく連続的に存在した状態にある。ゆえに、このことが曲げ強度の向上にいくぶん寄与しているものと考えられている。

また、ヒートサイクルを一定時間行った後、テーブル2を厚さ方向に沿って切断し、その切断面を肉眼及び顕微鏡により観察した。その結果、接合界面におけるクラックや剥がれは全く確認されなかった。

このようにして得られた参考例3-1のテーブル2を上記各種の研磨装置1にセットし、水路12内に冷却水Wを常時循環させつつ、各種サイズの半導体ウェハ

5の研磨を行なった。そして、各種の研磨装置1による研磨を経て得られた半導体ウェハ5を観察したところ、ウェハサイズの如何を問わず、ウェハ5には傷が付いていなかった。また、ウェハ5に大きな反りが生じるようなこともなかった。つまり、本参考例3-1のテーブル2を用いた場合、大口径・高品質な半導体ウェハ5が得られることがわかった。

[参考例3-2]

参考例3-2の作製においては接合層31の厚さを50 μ mに設定し、それ以外の条件については基本的に参考例3-1と同様にしてテーブル2を作製した。

得られたテーブル2の曲げ強度を複数回測定したところ、その平均値は約550 MPaであった。また、一定時間のヒートサイクル後にテーブル2の切断面を観察したところ、接合界面におけるクラックや剥がれは全く確認されなかった。

さらに、テーブル2を上記各種の研磨装置1にセットし、各種サイズの半導体ウェハ5の研磨を行なったところ、参考例3-1とほぼ同様の優れた結果が得られた。即ち、ウェハ5の傷付きや反りが認められず、大口径・高品質な半導体ウェハ5が得られることがわかった。

[参考例3-3]

参考例3-3の作製においては接合層31の厚さを1500 μ mに設定し、それ以外の条件については基本的に参考例3-1と同様にしてテーブル2を作製した。

得られたテーブル2の曲げ強度を複数回測定したところ、その平均値は約550 MPaであった。また、一定時間のヒートサイクル後にテーブル2の切断面を観察したところ、接合界面におけるクラックや剥がれは全く確認されなかった。

さらに、テーブル2を上記各種の研磨装置1にセットし、各種サイズの半導体ウェハ5の研磨を行なったところ、参考例3-1とほぼ同様の優れた結果が得られた。即ち、ウェハ5の傷付きや反りは認められず、大口径・高品質な半導体ウェハ5が得られることがわかった。

[比較例3-1]

比較例3においては、あらかじめ多孔質体17ごとに別個に金属シリコン24の

含浸を行って基材 11A, 11B を作製し、次いで $Ag-Cu-Ti$ からなるロウ材を用いて基材 11A, 11B 同士をロウ付け接合することとした。それ以外の条件については、基本的に参考例 3-1 と同様にして、テーブル 2 を作製した。なお、ロウ材の熱伝導率は、金属シリコン 24 のそれよりも若干高く、 $170 W/m \cdot K$ であった。ロウ材の熱膨張係数は $18.5 \times 10^{-6} / ^\circ C$ であり、金属シリコン 24 のそれよりもいくぶん大きかった。

なお、比較例 3-1 の場合、金属シリコン 24 の含浸作業と基材 11A, 11B 同士の接合作業とを別工程にて行っていることから、3 つの参考例に比べて生産性及びコスト性に劣っていた。

次に、得られたテーブル 2 について曲げ強度を複数回測定したところ、その平均値は約 $400 MPa$ であり、3 つの参考例より低い値となった。また、一定時間のヒートサイクル後にテーブル 2 の切断面を観察したところ、接合界面においてクラックや剥がれが確認されることがあった。

[比較例 3-2]

比較例 3-2 においては、あらかじめ多孔質体 17 ごとに別個に金属シリコン 24 の含浸を行って基材 11A, 11B を作製し、次いで樹脂製接着剤（セメダイン社製）を用いて基材 11A, 11B 同士を接着することとした。それ以外の条件については、基本的に参考例 3-1 と同様にして、テーブル 2 を作製した。なお、接着剤の熱伝導率は、金属シリコン 24 のそれよりも大幅に低く、 $0.162 W/m \cdot K$ であった。同接着剤の熱膨張係数は $65 \times 10^{-6} / ^\circ C$ であり、金属シリコン 24 のそれよりも相当大きいものであった。

なお、比較例 3-2 の場合、金属シリコン 24 の含浸作業と基材 11A, 11B 同士の接着作業とを別工程にて行っていることから、3 つの参考例に比べて生産性及びコスト性に劣っていた。

次に、得られたテーブル 2 について曲げ強度を複数回測定したところ、その平均値は約 $50 MPa$ であり、比較例 3-1 よりもさらに低い値を示した。また、一定時間のヒートサイクル後にテーブル 2 の切断面を観察したところ、接合界面におい

てクラックや剥がれが発生していた。

従って、本実施例の各参考例によれば以下のような効果を得ることができる。

(1) 参考例のテーブル 2 の場合、2 枚の炭化珪素・金属複合体 18 同士が、金属シリコン 24 からなる接合層 31 を介して接合されている。接合層 31 の熱膨張係数と、複合体 18 の熱膨張係数(実質的には炭化珪素の熱膨張係数にほぼ等しい)との差は、約 $0.2 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ であって極めて小さい。このため、熱膨張係数差に起因する熱応力が生じる心配がなく、クラックや剥がれの発生を防止することができる。ゆえに、ヒートサイクルを受けても破壊しにくく、長期信頼性に優れたテーブル 2 とすることができる。また、金属シリコン 24 は接着剤に比べて格段に高い熱伝導率を有するため、接合界面において熱抵抗を増大させるという心配もない。よって、熱伝導性に優れたテーブル 2 とすることができる。

(2) 参考例によると、テーブル 2 を製造する際、金属シリコン 24 の含浸作業と複合体 18 同士の接合作業とが同時に行われる。従って、前記各工程を個別に行う場合に比べ、効率よくテーブル 2 を得ることができる。よって、上記のような好適なテーブル 2 を確実にかつ安価に製造することができる。

(3) 参考例によると、接合界面におけるクラックや剥がれの発生が防止され、ヒートサイクルを受けても破壊しにくくなる。この結果、冷却用水路 12 からの水漏れも未然に防止され、長期信頼性に優れたテーブル 2 となる。また、金属シリコン 24 からなる接合層 31 は接合界面において熱抵抗を増大させないため、熱伝導性に極めて優れたテーブル 2 となる。従って、テーブル 2 内部に温度バラツキが生じにくくなり、極めて高い均熱性及び熱応答性が付与される。このため、テーブル 2 を用いたウェハ研磨装置 1 にて研磨を行えば、大口径・高品質ウェハ 5 を確実に製造することができる。

なお、本実施例は以下のように変更されることが可能である。

- ・ 含珪素セラミックからなる多孔質体 17 として、炭化珪素以外のもの、例えば窒化珪素等を用いてテーブル 2 を作製してもよい。また、同種のセラミックからなる複数の複合体 18 を用いることに代え、異種のセラミックからなる複数の複合

体 1 8（例えば炭化珪素と窒化珪素との組み合わせ）にしてもよい。

以上説明した第 1 ～ 第 3 実施例は、それらへの限定を意味するものではない。本発明はここに限定されるものではなく、添付した請求の範囲内で改良されてもよい。

請求の範囲

1. 炭化珪素結晶(21, 22)によって構成される組織中に開放気孔(23)が存在している多孔質焼結体において、前記炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上、気孔率が40%以下、熱伝導率が $80\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上である多孔質炭化珪素焼結体。

2. 炭化珪素結晶(21, 22)によって構成される組織中に開放気孔(23)が存在している多孔質焼結体において、前記炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ 、気孔率が5%～30%、熱伝導率が $80\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上である多孔質炭化珪素焼結体。

3. 炭化珪素結晶は、平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ ～ $1.0\mu\text{m}$ であり、かつ10体積%～50体積%の細かい炭化珪素結晶(21)と、平均粒径が $25\mu\text{m}$ ～ $150\mu\text{m}$ であり、かつ50体積%～90体積%の粗い炭化珪素結晶(22)とを含むことを特徴とする請求項1または2に記載の多孔質炭化珪素焼結体。

4. 炭化珪素結晶(21, 22)によって構成される組織中に開放気孔(23)が存在しており、前記炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上、気孔率が30%以下、熱伝導率が $80\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上である多孔質炭化珪素焼結体を製造する方法であって、

平均粒径 $5\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末100重量部に対して、平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ ～ $1.0\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末を10重量部～100重量部を配合し、粗粉末と微粉末とを均一に混合する工程と、

前記混合工程により得られた混合物を所定形状に成形して成形体を得る工程と、
前記成形体を 1700°C ～ 2400°C の温度範囲で焼成して焼結体を得る工程を備えることを特徴とする多孔質炭化珪素焼結体の製造方法。

5. ウェハ研磨装置に用いられる部材(2)であって、請求項1乃至3のいずれか1項に記載の多孔質炭化珪素焼結体から構成されるウェハ研磨装置用部材。

6. ウェハ保持プレートに保持された半導体ウェハを研磨するための研磨面(2a)を有するテーブル(2)において、

テーブルは、各々が請求項1乃至3のいずれか1項に記載の多孔質炭化珪素焼結体からなり、互いに接合された複数の基材(11A、11B)と、

前記基材の接合界面に形成された流体流路(12)とを備えるウェハ研磨装置用テーブル。

7. 炭化珪素結晶(21、22)によって構成される多孔質組織中に開放気孔(23)が存在し、その開放気孔中に金属が含浸されている炭化珪素・金属複合体において、

前記炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上、気孔率が30%以下、熱伝導率が $160\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上であり、炭化珪素100重量部に対して15重量部～50重量部の金属が含浸されている炭化珪素・金属複合体。

8. 炭化珪素結晶(21、22)によって構成される多孔質組織中に開放気孔(23)が存在し、その開放気孔中に金属が含浸されている炭化珪素・金属複合体において、

前記炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ 、気孔率が5%～30%、熱伝導率が $160\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上であり、炭化珪素100重量部に対して15重量部～50重量部の金属が含浸されている炭化珪素・金属複合体。

9. 炭化珪素100重量部に対して15重量部～45重量部の金属シリコンが含浸されていることを特徴とする請求項7または8に記載の炭化珪素・金属複合体

。

10. 炭化珪素100重量部に対して20重量部～50重量部の金属アルミニウムが含浸されていることを特徴とする請求項7または8に記載の炭化珪素・金属複合体。

11. 炭化珪素結晶は、平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ ～ $1.0\mu\text{m}$ であり、かつ10体積%～50体積%の細かい炭化珪素結晶(21)と、平均粒径が $25\mu\text{m}$ ～ $150\mu\text{m}$ であり、かつ50体積%～90体積%の粗い炭化珪素結晶(22)とを含むことを特徴とする請求項7乃至10のいずれか1項に記載の炭化珪素・金属複合体。

12. 炭化珪素結晶(21, 22)によって構成される多孔質組織中に開放気孔(23)が存在し、その開放気孔中に炭化珪素100重量部に対して15重量部～50重量部の金属が含浸され、前記炭化珪素結晶の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上、気孔率が30%以下、熱伝導率が $160\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上である炭化珪素・金属複合体を製造する方法であって、

平均粒径 $5\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の粗粉末100重量部に対して、平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ ～ $1.0\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素の微粉末を10重量部～100重量部を配合し、その粗粉末と微粉末とを均一に混合する工程と、

前記混合工程により得られた混合物を所定形状に成形して成形体を得る工程と、
前記成形体を 1700°C ～ 2400°C の温度範囲で焼成して焼結体を得る工程と、

前記成形体または前記焼結体に金属を含浸する工程とを備えることを特徴とする炭化珪素・金属複合体の製造方法。

13. 前記成形体には、炭素源となる有機物が炭素重量換算値で1重量%～1

0重量%配合されていることを特徴とする請求項12に記載の炭化珪素・金属複合体の製造方法。

14. ウェハ研磨装置に用いられる部材(2)であって、請求項7乃至11のいずれか1項に記載の炭化珪素・金属複合体から構成されるウェハ研磨装置用部材。

。

15. ウェハ保持プレートに保持された半導体ウェハを研磨するための研磨面(2a)を有するテーブル(2)において、

テーブルは、各々が請求項7乃至11のいずれか1項に記載の炭化珪素・金属複合体からなり、互いに接合された複数の基材(11A、11B)と、

前記基材の接合界面に形成された流体流路(12)とを備えるウェハ研磨装置用テーブル。

16. ウェハ保持プレートに保持された半導体ウェハを研磨するための研磨面(2a)を有するテーブル(2)において、

テーブルは、

各々が含珪素セラミックからなる多孔質体の開放気孔中に金属シリコンを含浸したセラミック・金属複合体である複数の基材(11A、11B)と、

各基材同士を接合する前記金属シリコンからなる接合層(14)と、

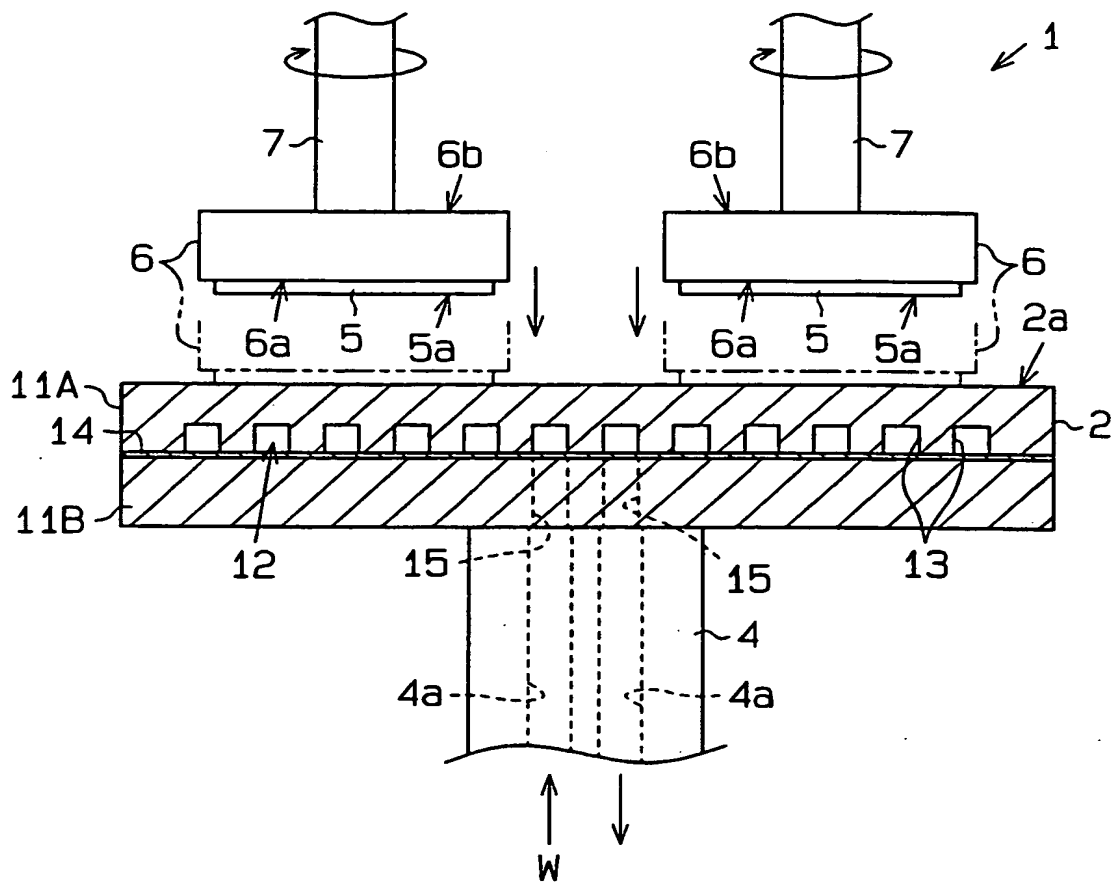
基材の接合界面に形成された流体流路(12)とを備えるウェハ研磨装置用テーブル。

17. 前記セラミック・金属複合体において、多孔質体は、平均粒径が $20\mu\text{m}$ ～ $100\mu\text{m}$ の炭化珪素結晶(21、22)を含み、気孔率は10%～50%、熱伝導率は $160\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 以上であり、前記金属シリコンは、炭化珪素100重量部に対して15重量部～50重量部含浸されていることを特徴とする請求項16

に記載のウェハ研磨装置用テーブル。

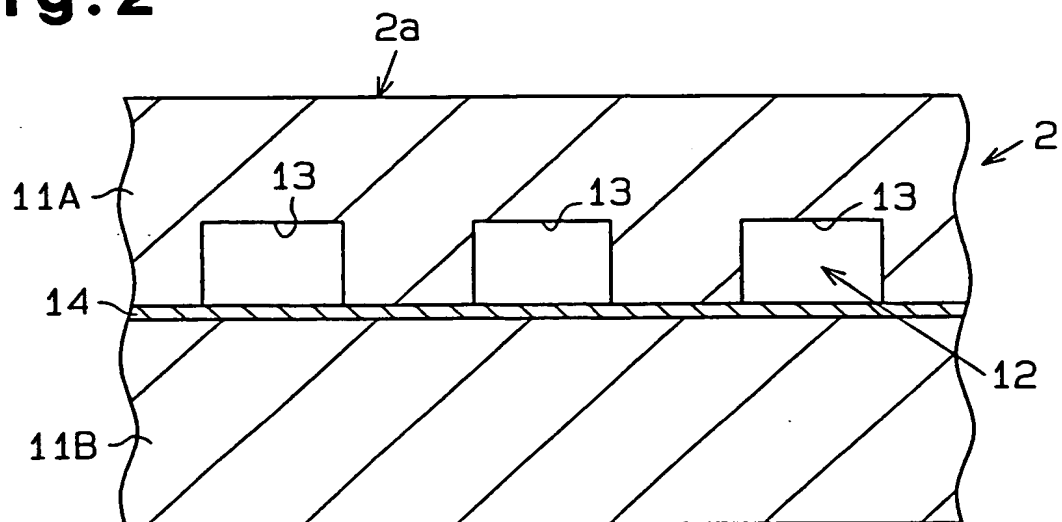
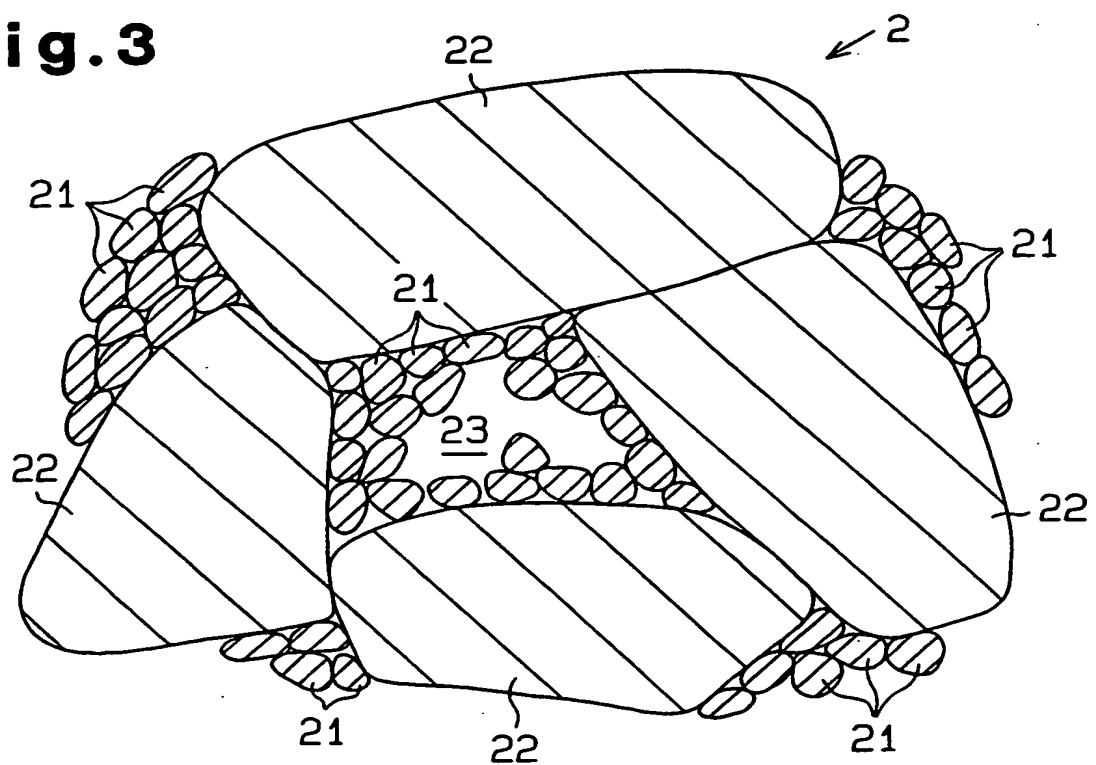
18. 前記炭化珪素結晶は、平均粒径が $0.1\ \mu\text{m}$ ～ $1.0\ \mu\text{m}$ であり、10体積%～50体積%の細かい炭化珪素結晶(21)と、平均粒径が $25\ \mu\text{m}$ ～ $150\ \mu\text{m}$ であり、50体積%～90体積%の粗い炭化珪素結晶(22)とを含むことを特徴とする請求項17に記載のウェハ研磨装置用テーブル。

19. 前記接合層の厚さは $10\ \mu\text{m}$ ～ $1500\ \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項15乃至18のいずれか1項に記載のウェハ研磨装置用テーブル。

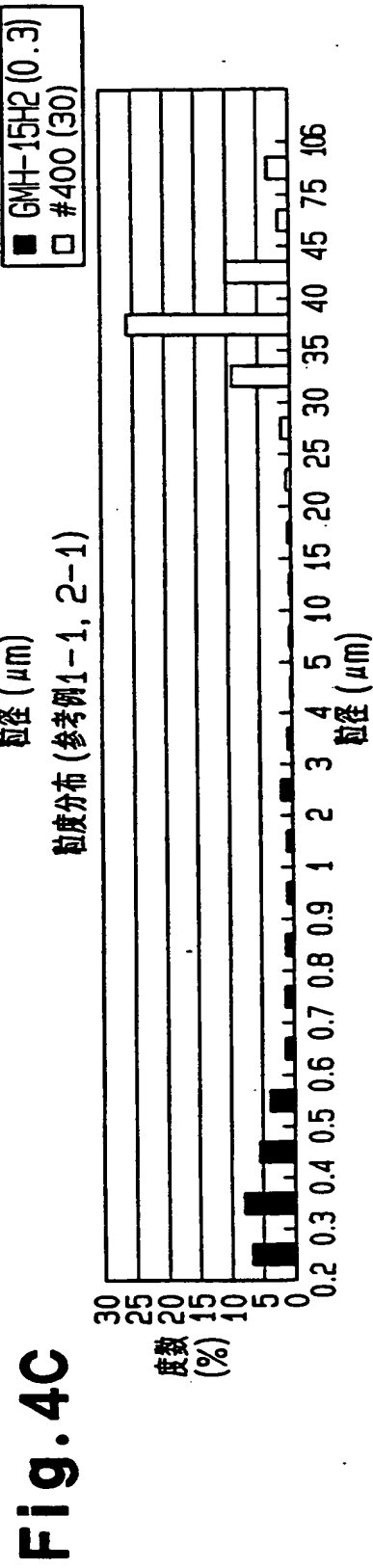
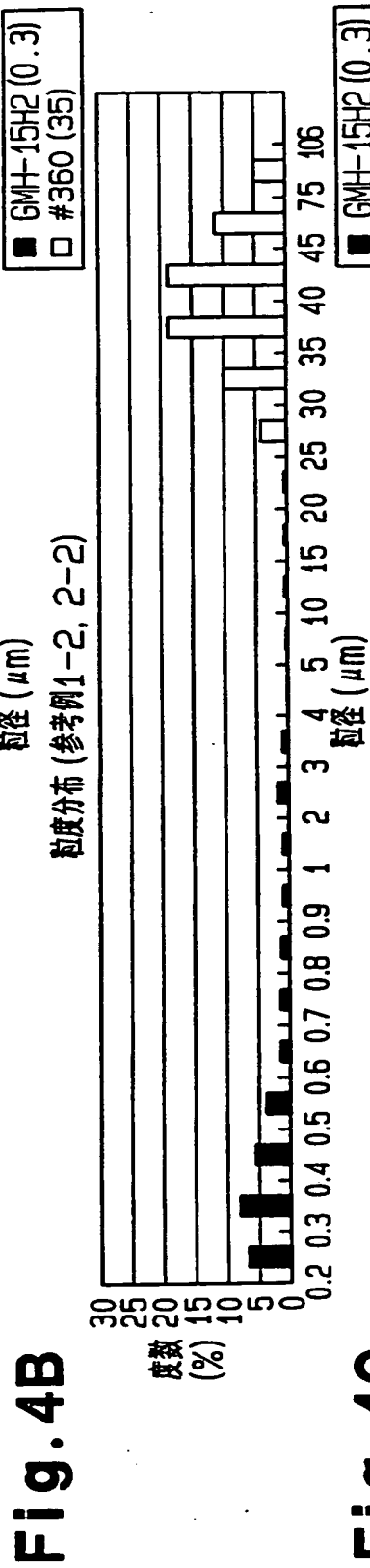
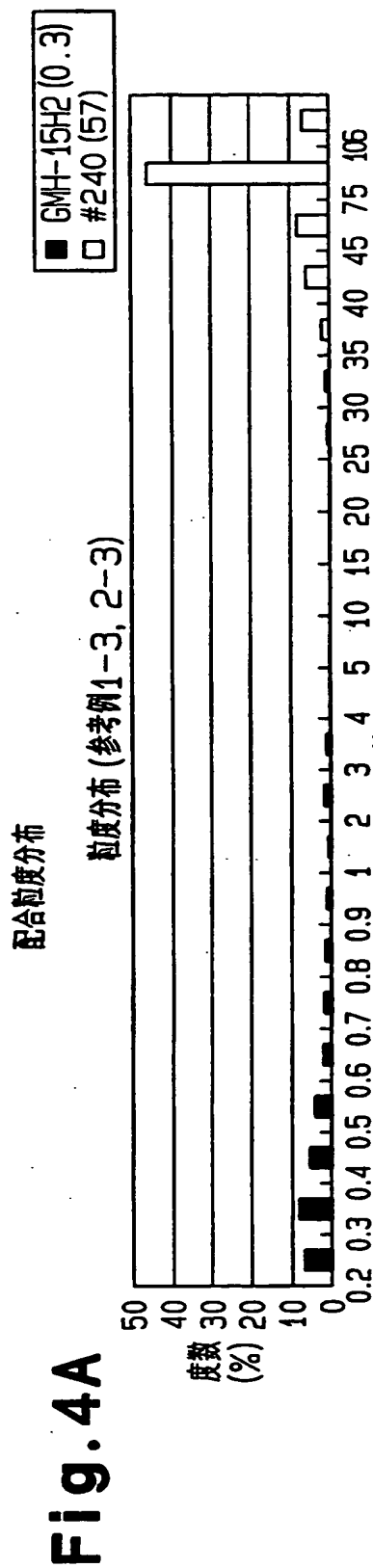
Fig.1

THIS PAGE BLANK

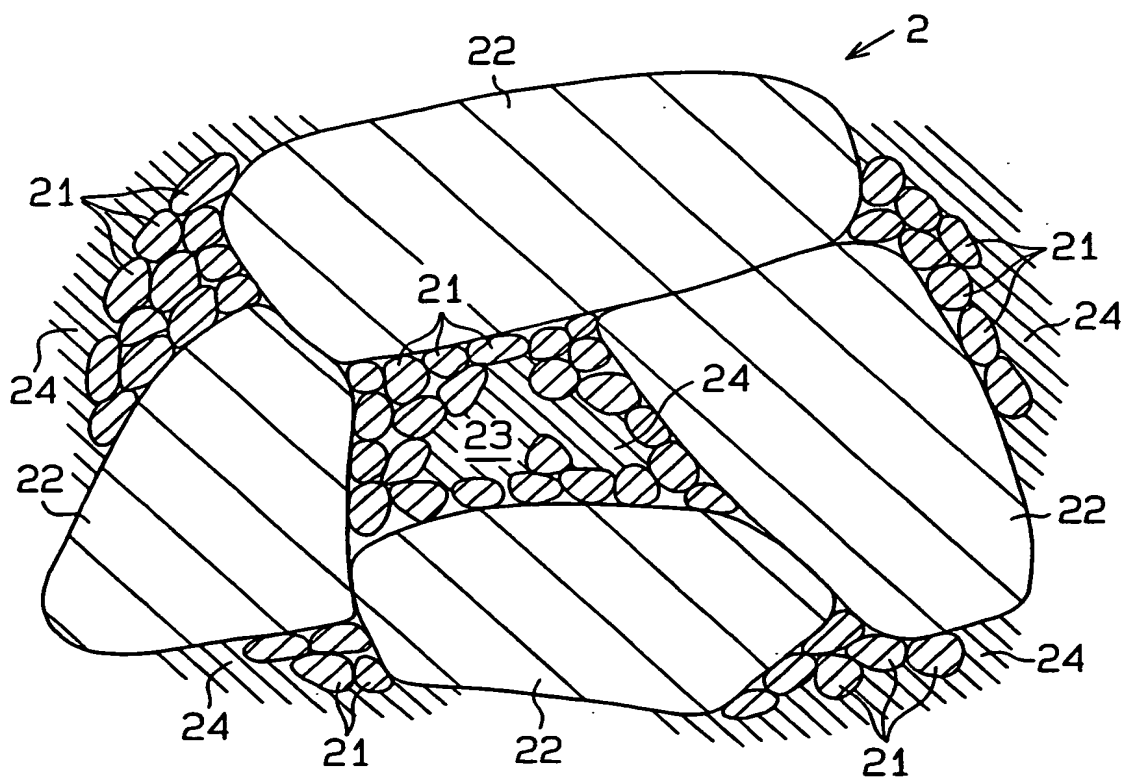
2/6

Fig. 2**Fig. 3**

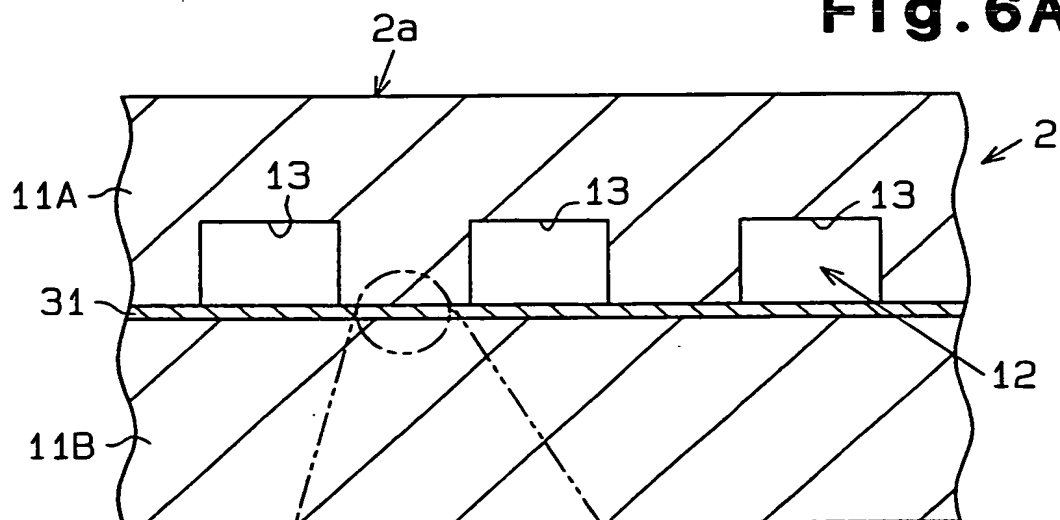
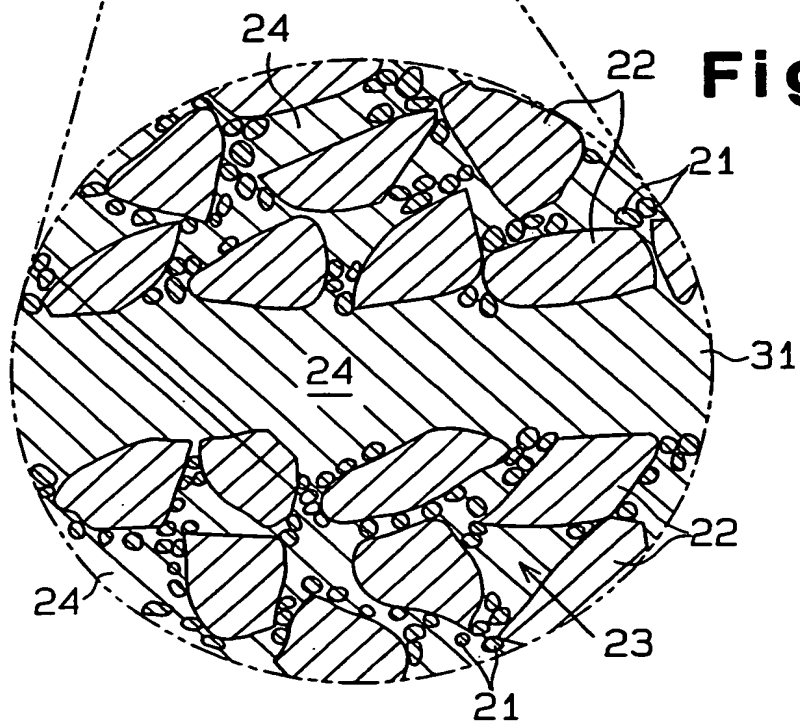
THIS PAGE BLANK (USPTO)



THIS PAGE BLANK (USPTO)

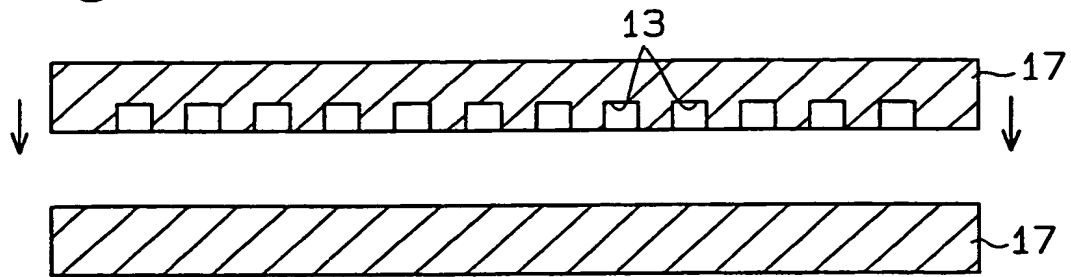
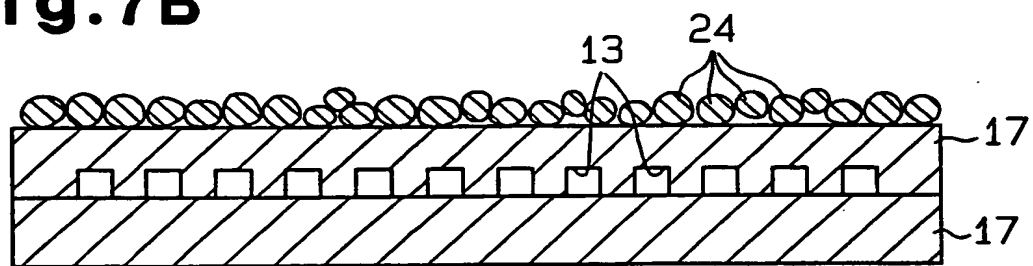
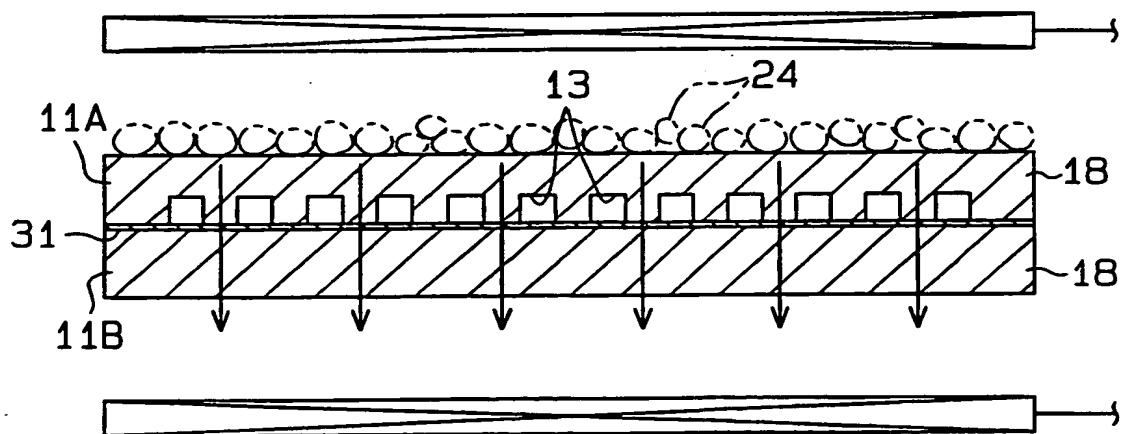
Fig.5

THIS PAGE BLANK (U. .

Fig. 6A**Fig. 6B**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

6/6

Fig.7A**Fig.7B****Fig.7C**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/08284

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C04B38/00, 41/88, 35/565,
H01L21/304

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C04B38/00-38/10, 41/80-41/91, 35/565-35/577,
H01L21/304,
B24B37/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 7-33547, A (Idemitsu Material K.K.), 03 February, 1995 (03.02.95), Claims; table 1 (Family: none)	1-19
Y	JP, 11-320394, A (IBIDEN CO., LTD.), 24 November, 1999 (24.11.99), Claims; Par. Nos. 0022, 0027, 0075 (Family: none)	1-19
Y	JP, 62-12667, A (TOSHIBA CERAMICS CO., LTD.), 21 January, 1987 (21.01.87), Claims (Family: none)	3-6, 11-15, 18, 19
Y	JP, 4-238866, A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 26 August, 1992 (26.08.92), Claims (Family: none)	3-6, 11-15, 18, 19
Y	JP, 5-319932, A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 03 December, 1993 (03.12.93), Claims (Family: none)	3-6, 11-15, 18, 19
Y	JP, 6-39704, A (TOSHIBA MACHINE CO., LTD.), 15 February, 1994 (15.02.94),	6, 15-19



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not
considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing
date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is
cited to establish the publication date of another citation or other
special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other
means

"P" document published prior to the international filing date but later
than the priority date claimed

"T"

later document published after the international filing date or
priority date and not in conflict with the application but cited to
understand the principle or theory underlying the invention

"X"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be
considered novel or cannot be considered to involve an inventive
step when the document is taken alone

"Y"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be
considered to involve an inventive step when the document is
combined with one or more other such documents, such
combination being obvious to a person skilled in the art

"&"

document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
02 February, 2001 (02.02.01)

Date of mailing of the international search report
13 February, 2001 (13.02.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/08284

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	Claims; Par. No. 0015; Figs. 1, 4 (Family: none)	
Y	JP, 11-171672, A (Denki Kagaku Kogyo K. K.), 29 June, 1999 (29.06.99), Claims; Par. Nos. 0019, 0021	7-19
Y	JP, 6-503062, A (United Technologies Corporation), 07 April, 1994 (07.04.94), Claims; example & WO, 92-10441, A & EP, 555206, A & EP, 560902, A & AU, 649966, B	7-19

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/08284

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

Subject matters of claims 1 to 5 and 7 to 14 are inventions relating to materials themselves and use thereof, whereas claims 6 and 15 to 19 not only specify the use of the above materials, but also define the devices having specific structures. Therefore, they do not form a single general inventive concept.

In claims 16 and 19, silicon carbide is not limited to a specific silicon carbide. Therefore, claims 1 to 15, 17 and 18, which limit silicon carbide to a specific one, and claims 16 and 19 do not form a single general inventive concept.

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.

2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.

3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
☒ No protest accompanied the payment of additional search fees.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C04B38/00, 41/88, 35/565,
H01L21/304

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C04B38/00~38/10, 41/80~41/91, 35/565~35/577,
H01L21/304,
B24B37/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926~1996年
 日本国公開実用新案公報 1971~2000年
 日本国登録実用新案公報 1994~2000年
 日本国実用新案登録公報 1996~2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 7-33547, A (出光マテリアル株式会社) 3. 2月. 1995 (03. 02. 95) クレーム、第1表 (ファミリーなし)	1~19
Y	JP, 11-320394, A (イビデン株式会社) 24. 11 月. 1999 (24. 11. 99) クレーム、0022, 002 7, 0075段落 (ファミリーなし)	1~19
Y	JP, 62-12667, A (東芝セラミックス株式会社) 21. 1月. 1987 (21. 01. 87) クレーム (ファミリーなし)	3-6, 11-15, 18, 19
Y	JP, 4-238866, A (信越化学工業株式会社) 26. 8 月. 1992 (26. 08. 92) クレーム (ファミリーなし)	3-6, 11-15, 18, 19

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの。
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02. 02. 01

国際調査報告の発送日

13.02.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

米田 健志

4T

8924

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 5-319932, A (信越化学工業株式会社) 3. 12 月. 1993 (03. 12. 93) クレーム (ファミリーなし)	3-6, 11-15, 18, 19
Y	JP, 6-39704, A (東芝機械株式会社) 15. 2月. 19 94 (15. 02. 94) クレーム、0015段落、図1, 図4 (ファミリーなし)	6, 15-19
Y	JP, 11-171672, A (電気化学工業株式会社) 29. 6 月. 1999 (29. 06. 99) クレーム、0019, 0021 段落	7~19
Y	JP, 6-503062, A (ユニテッド テクノロジーズ コ ーポレイション) 7. 4月. 1994 (07. 04. 94) クレ ーム、実施例 &WO, 92-10441, A &EP, 55520 6, A &EP, 560902, A &AU, 649966, B	7~19

第I欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項 (PCT 17条(2)(a)) の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求の範囲 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第II欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるところの国際調査機関は認めた。

請求項1～5, 7～14は材料自体及びその用途に関する発明であるが、請求項6, 15～19は上記材料の用途を単に特定するだけでなく、装置として特定の構造を持つと限定しているから、単一の一般的発明概念を形成しているとは認められない。

また、請求項16, 19では炭化珪素が特定のものに特定されておらず、特定の炭化珪素に限定している請求項1～15, 17, 18とは、単一の一般的発明概念を形成しているとは認められない。

1. ☒ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☐ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。
- ☒ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)